

# **Implementação e Validação da nova sala de brassagem**

## **Caso de estudo desenvolvido na Sociedade Central de Cervejas e Bebidas**

**Maria Inês Cunha Ribeiro da Costa**

Dissertação para obtenção do Grau de Mestre em  
**Engenharia Alimentar – Processamento de Alimentos**

Orientador: Professora Doutora Sara Beirão da Costa [ISA-UL]

Co-Orientador: Licenciada Maria Dulce Brás Trindade da Silva [Sociedade Central de Cervejas]

### **Júri:**

Presidente: Doutora Margarida Gomes Moldão Martins, Professora Auxiliar com Agregação do Instituto Superior de Agronomia da Universidade de Lisboa

Vogais: Doutora Maria Luísa Duarte Martins Beirão da Costa, Professora Catedrática Aposentada do Instituto Superior de Agronomia da Universidade de Lisboa;

Doutor Victor Manuel Delgado Alves, Professor Auxiliar do Instituto Superior de Agronomia da Universidade de Lisboa;

Licenciada Maria Dulce Brás Trindade da Silva, na qualidade de especialista.

Lisboa, 2014

## **Agradecimentos**

Em primeiro lugar gostaria de agradecer à Engenheira Dulce Silva por toda a ajuda e disponibilidade demonstrada durante e após o período de estágio, e ao Engenheiro Manuel Galvão pela possibilidade de realizar este trabalho na Sociedade Central de Cervejas. A experiência adquirida durante este estágio curricular foi muito enriquecedora a nível pessoal e profissional, permitindo um contacto directo com a realidade industrial.

Gostaria de agradecer a todos os funcionários da brassagem e do laboratório da SCC por toda a ajuda, tanto na recolha das amostras como na sua análise. Um obrigado especial à técnica de laboratório Raquel Mendes, pela disponibilidade e pela ajuda prestada durante o período de estágio.

Uma palavra de apreço a professora Sara Beirão pela orientação ao longo do processo de desenvolvimento do projecto.

Quero agradecer em especial à minha família e amigos, pelo apoio, carinho, motivação e compreensão demonstrada ao longo da minha vida académica e pessoal.

## **Resumo**

Na indústria é necessário otimizar os processos tecnológicos, diminuindo os custos de produção e garantindo sempre a qualidade do produto final. Com esse intuito, foram realizadas, durante o primeiro semestre de 2013, alterações nas salas de brassagem, eliminando uma delas e instalando um filtro e caldeiras de maior capacidade.

Com o objectivo de monitorizar estas alterações e validar o projecto de optimização foram realizadas análises aos parâmetros relacionados com a validação – turvação, resíduos e sedimentos do mosto, matéria seca da dreche, extracto solúvel na dreche seca, causticidade da solução de soda da Clean-In-Place (CIP) dos filtros e das caldeiras; parâmetros inerentes ao funcionamento do filtro – pH do empaste, sacarificação do empaste, do mosto e da dreche. Foram também analisados parâmetros como extracto de últimas águas e extracto convertido na dreche seca com o objectivo de monitorizar o fabrico.

O projecto não foi finalizado no decorrer da presente tese, uma vez que durante o Pré-SAT (Site Acceptance Test), alguns parâmetros como resíduos no mosto, matéria seca da dreche e extracto solúvel da dreche seca, ainda se encontravam fora dos limites, tendo por isso sido adiada a validação da sala de brassagem.

**Palavras-chave:** cerveja, brassagem, dreche, empaste, filtro e mosto

## **Abstract**

In an industry is necessary to optimize the technologic process, reducing production costs, and ensuring the quality of the final products. With this intention, were performed, during the first half of 2013, some changes in the brewhouse, removing one of them and installing one filter and mash vessel with higher capacity.

In order to monitoring these changes and validate the optimization of the brewhouses, were performed some analysis to the parameters related with the validation – turbidity, residues and sediments in the wort, percentage of dry matter in spent grains, spent grains soluble extract in dry matter and causticity of CIP mashing vessel and filter; to the parameters attached to the filter – the mash pH, viscosity of the wort, saccharification of mash, wort and spent grains. It was also analyzed the extract of last runnings and spent grains convertible extract on dry matter in order to monitor the manufacturing process.

The project has not been finished in the course of this these, because during the pré-SAT (Site Acceptance Test) some parameters as residues in wort, dray matter in spent grains and spent grains soluble extract in dry matter, were outside of limits, postponing the validation of the brewhouse.

**Key-words:** beer, brewhouse, filter, mash, spent grains, and wort.

## Extended Abstract

In an industry is necessary to optimize the technologic process, reducing production costs, and ensuring the quality of the final products. With this in mind, there were necessary to make same changes in the brewhouse, including the extinction of the brewhouse 3 and the acquisition of new equipment for brewhouse 1 and 2, with the goal of reducing extract losses, energy and labor power, increasing the capacity of production in both brewhouses and produce more concentrated wort.

The goal of this study is to follow the optimization project of the two brewhouses, by monitoring the new equipment, ensuring the achievement of the parameters set by Heineken for itself. In order to monitor these changes and validate the optimization of the brewhouses, some analysis were performed to the required parameters for the validation of the brewhouses – turbidity of the wort, total residue in the wort, sediment in *Imhoff* cone, percentage of dry matter in spent grains, spent grains soluble extract in dry matter and causticity of CIP mashing vessel and filter; to the parameters which have some influence the operation of the filter – the mash pH, viscosity of the wort, saccharification of mash, wort and spent grains; and to the other parameters that reflect the efficiency of the mashing and the filtration – extract of last runnings, spent grains convertible extract on dry matter and causticity of CIP line cooling wort and microbiological analysis of the sterilized wort after CIP.

The results obtained in the parameters that are determinants for the validation of the brewhouses, including total residues, spent grains soluble extract in dry matter and causticity of the CIP filter, contributed to the non-performance of SAT, meaning that the project has not been finish and it wasn't possible to validate the optimization of the two brewhouses. The results also allowed concluding that the viscosity of the wort, the pH and the saccharification of the mash and wort did not affect the wort filtration time, unlike the saccharification of the spent grain which exerted a slight influence on the filtration time. The extract of last runnings results reflect the effectiveness of the filter, in particularly the compression, the results of the spent grains convertible extract on dry matter reflect the effectiveness of the diagram mash and the wort agitation speed in the degradation of starch, and finally, the analysis of the CIP and the sterilize wort allows to verify the efficacy of the cleaning op the line cooling wort.

**Key-words:** beer, brewhouse, filter, mash, spent grains, and wort.

## Índice

Agradecimentos .....	II
Resumo .....	III
Abstract .....	IV
Extended Abstract .....	V
Índice de Figuras e tabelas .....	IX
Lista de Abreviaturas.....	XI
<b>I- Desenvolvimento teórico.....</b>	<b>1</b>
<b>1- Introdução.....</b>	<b>1</b>
<b>2- A cerveja .....</b>	<b>2</b>
2.1- Matérias-primas.....	3
2.1.1- Malte de cevada .....	3
2.1.2- Lúpulo .....	3
2.1.3- Água.....	4
2.1.4 – Levedura .....	4
2.1.5 – Matérias-primas secundárias – Adjuntos.....	5
<b>2.2- Processo de fabrico da cerveja .....</b>	<b>6</b>
2.2.1- Maltagem .....	6
2.2.1.1- Molha .....	7
2.2.1.2- Germinação.....	7
2.2.1.3- Secagem e torra.....	8
2.2.2- Brassagem .....	9
2.2.2.1- Moenda .....	9
2.2.2.2- Empastagem .....	10
2.2.2.3- Filtração do mosto.....	18
2.2.2.4- Ebulição do mosto.....	19
2.2.2.5- Clarificação e arrefecimento do mosto – Whirlpool .....	22
2.2.3- Fermentação .....	22
2.2.4- Maturação .....	23
2.2.5- Filtração .....	23
2.2.6- Enchimento .....	23
<b>II - Desenvolvimento experimental .....</b>	<b>24</b>

<b>1- Objectivo do trabalho .....</b>	<b>24</b>
<b>2- Caracterização do alvo de estudo .....</b>	<b>25</b>
2.1- Caracterização do tipo de cerveja .....	25
2.2- Caracterização das instalações da brassagem .....	25
2.3- Funcionamento do filtro .....	28
2.4- Justificação dos parâmetros analisados e respectivos limites .....	32
<b>3- Materiais e Métodos .....</b>	<b>35</b>
3.1- Materiais .....	35
3.2- Métodos .....	35
3.2.1 – Delineamento experimental .....	35
3.2.2- Análises realizadas aos materiais e respectivos métodos analíticos .....	38
3.2.2.1- Empaste .....	39
- pH .....	39
- Sacarificação – Teste iodo .....	39
- Sacarificação – Método Espectrofotométrico .....	39
3.2.2.2- Mosto .....	40
- Viscosidade .....	40
- Turvação .....	40
- Resíduos .....	40
- Sedimento .....	41
- Extracto últimas águas .....	41
- Esterilidade do mosto .....	41
3.2.2.3- Dreche .....	42
- Conteúdo em matéria seca .....	42
- Extracto disponível total em dreche seca .....	42
- Extracto solúvel em dreche seca .....	43
- Extracto convertido em dreche seca .....	43
- Teste de iodo à dreche .....	43
3.2.2.4- Causticidade – CIP .....	44
<b>4- Apresentação e discussão de resultados .....</b>	<b>45</b>
4.1- Empaste – Caldeira das caldas .....	45
- pH .....	45
4.2- Empaste – Caldeira de empastagem .....	46

- pH.....	46
- Sacarificação- Teste de iodo.....	46
- Sacarificação- Método espectrofotométrico .....	47
4.3- Mosto – Filtro .....	48
- Viscosidade.....	48
- Sacarificação- Método espectrofotométrico .....	48
- Extracto últimas águas de filtração .....	49
- Turvação .....	50
- Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura .....	52
- Sedimento .....	53
- Esterilidade do mosto.....	55
4.4- Dreche – Filtro.....	56
- Conteúdo em matéria seca da dreche .....	56
- Extracto dreche seca.....	56
- Sacarificação da dreche.....	60
4.5- CIP .....	62
<b>5- Conclusões.....</b>	<b>63</b>
<b>6- Referências Bibliográficas .....</b>	<b>64</b>
<b>7- Cibergrafia .....</b>	<b>65</b>
<b>8 - ANEXOS .....</b>	<b>66</b>



## Índice de Figuras e tabelas

Fig.1: Diagrama de fabrico da cerveja .....	6
Fig.2: Exemplo de diagrama de empastagem por infusão .....	17
Fig.3: Exemplos de diagramas de empastagem por decocção simples (a) e decocção dupla (b). ....	17
Fig.4: Lauter tun .....	18
Fig.5: Mashfilter .....	19
Fig.6: Diagrama de brassagem – Equipamentos .....	26
Fig.7: Caldeira das caldas .....	27
Fig.8: Caldeira empastagem .....	27
Fig.9: MashFilter Meura 2001 .....	27
Fig.10: Caldeira de Ebulição .....	27
Fig.11: Mashfilter Meura 2001: .....	28
Fig.12.: Funcionamento do filtro: .....	31
Tabela 1: limites dos parâmetros analisados para a validação das salas de brassagem. ....	34
Tabela 2: Limite dos parâmetros que afectam o funcionamento do filtro .....	34
Tabela 3: Limite dos restantes parâmetros .....	34
Tabela 4: Delineamento da quantidade e local de recolha de cada uma das amostras .....	36
Tabela 5: Delineamento do período de amostragem .....	37
Tabela 6: Parâmetros analisados em cada uma das matérias-primas e respectivos métodos analíticos .....	38
Fig.13: Filtração do mosto para obtenção dos resíduos utilizando o funil de Büchner .....	40
Fig.14 : Mosto colocado no cone de Imhoff. ....	41
Fig.15: Valor de pH caldeira das caldas e intervalo de valores permitidos – Sala 1 .....	45
Fig.16: Valor de pH caldeira das caldas e intervalo de valores permitidos – Sala 2 .....	45
Fig.17: Valor de pH caldeira de empastagem e intervalo de valores permitidos – Sala 1 .....	46
Fig.18: Valor de pH caldeira de empastagem e intervalo de valores permitidos – Sala 2 .....	46
Fig.19: Amostras do empaste depois de centrifugados e antes de ser lida a absorvância. ....	47
Fig.20: Resultados de viscosidade do mosto na sala 1 e 2 e respectivos tempos de filtração .....	48
Fig.21: Resultados obtidos na análise da sacarificação do mosto no início de filtração e na pré- compressão, através do método espectrofotométrico. ....	49
Fig.22: Valor do extracto últimas águas– Sala 1 .....	49
Fig.23: Valor do extracto últimas águas – Sala 2 .....	50
Fig.24: Valores de turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas – Sala 1 .....	51
Fig.25: Valores de turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas – Sala 2 .....	51
Fig.26: Valores de turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio– Sala 1 .....	51
Fig.27: Valores de turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio – Sala 2 .....	52
Fig.28: Valores dos Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura – Sala 1 .....	52
Fig.29: Valores dos Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura – Sala 2 .....	53
Fig.30: Valores do Cone de Imhoff no início de fervura, na caldeira de fervura – Sala 1 .....	54
Fig.31: Valores do Cone de Imhoff no início de fervura, na caldeira de fervura – Sala 2 .....	54

Fig.32: Valores do conteúdo em matéria seca da dreche – Sala 1 .....	56
Fig.33: Valores do conteúdo em matéria seca da dreche – Sala 2 .....	56
Fig.34: Valores do extracto total na dreche seca – Sala 1 .....	57
Fig.35: Valores do extracto total na dreche seca – Sala 2 .....	57
Fig.36: Valores do extracto solúvel na dreche seca – Sala 1 .....	58
Fig.37: Valores do extracto solúvel na dreche seca – Sala 2 .....	58
Fig.38: Valores do extracto convertido na dreche seca – Sala 1 .....	59
Fig.39: Valores do extracto convertido na dreche seca – Sala 1 .....	59
Tabela 7: Resultados da análise de sacarificação da dreche.....	60
Fig.40: Resultados da sacarificação da dreche e tempos de enchimento, filtração e lavagem – Sala 1 .....	61
Tabela 8: Resultados da Causticidade da CIP das caldeiras, filtros e linha de arrefecimento do mosto. ....	62
Tabela 9: Resultados obtidos na análise da turvação na sala 1 .....	67
Tabela 10: Resultados obtidos na análise da turvação na sala 2.....	67
Tabela 11: código de cores para os anexos 3, 4, 5, 6 e 7 .....	68
Tabela 12: Resultados obtidos na análise dos resíduos totais do mosto na sala 1 .....	69
Tabela 13: Resultados obtidos na análise dos resíduos totais do mosto na sala 2.....	69
Tabela 14: Resultados obtidos na análise do sedimento na sala 1 .....	70
Tabela 15: Resultados obtidos na análise do sedimento na sala 2.....	70
Tabela 16: Resultados obtidos na análise da dreche na sala 1 .....	71
Tabela 17: Resultados obtidos na análise da dreche na sala 2 .....	72
Tabela 18: Resultados obtidos na medição do pH das caldeiras na sala 1 .....	73
Tabela 19: Resultados obtidos na medição do pH das caldeiras na sala 2.....	74
Tabela 20: Resultados obtidos na medição do pH das caldeiras na sala 1 e sala 2 respectivamente ..	75
Tabela 21: Resultados obtidos na análise de viscosidade e respectivos tempos de filtração e tempos de filtração total .....	76

## **Lista de Abreviaturas**

Sociedade Central de Cervejas e Bebidas (SCC)

Sindicato Nacional de Indústria de Cerveja (SINDICERV)

S-metilmetionina (SMM)

Dimetilsulfuredo (DMS)

Dimetilsulfóxido (DMSO)

Site Acceptance Test (SAT)

Clean-In-Place (CIP)

Unidade formadora de colónias (ufc)

Extracto disponível total (EDT)

Extracto solúvel (ES)

# **I- Desenvolvimento teórico**

## **1- Introdução**

A Sociedade Central de Cervejas e Bebidas (SCC) é uma das maiores produtoras de cerveja em Portugal, atingindo uma quota no mercado cervejeiro de 42,9% em 2012. Tem como missão “ sermos a melhor empresa portuguesa de bebidas com um crescimento sustentado e com uma contínua melhoria da quota em valor de mercado de bebidas”. A sua fundação ocorreu em 1934 e teve como objectivo comercializar cervejas produzidas por várias companhias: Companhia Produtora de Malte e Cerveja Portugália; Companhia de Cervejas Estrela; Companhia de Cervejas Coimbra e Companhia da Fabrica Cerveja Jansen. A última mudança de propriedade, registada pela SCC, remete para 2008, ano no qual passou a integrar o Grupo Heineken (SCC – Central de Cervejas).

Sendo uma empresa com uma posição destacada no mercado nacional necessita de continuar a satisfazer os consumidores mantendo-se fiel ao seu produto e à sua qualidade, mas tendo sempre em vista a inovação, de modo a continuar a ser uma empresa competitiva. Assim, a produtividade é um factor importante por isso é necessário otimizar os processos tecnológicos, garantido sempre a qualidade de produto final e simultaneamente diminuindo o custo da sua produção.

O presente trabalho foi desenvolvido nesta indústria cervejeira, tendo como objectivo principal a optimização da fase de brassagem, etapa onde ocorre a produção do mosto. O mosto é o produto obtido após submeter a mistura de água, malte e adjuntos a temperaturas elevadas, permitindo a degradação do amido por acção enzimática em açúcares fermentescíveis e não fermentescíveis. É uma etapa muito importante pois os açúcares nela produzidos vão ser utilizados na fermentação e transformados em álcool desempenhando um papel fundamental na qualidade da cerveja final. O sector de produção de mosto preocupa-se em obter materiais de boa qualidade, o mais uniforme possível, de modo a poderem produzir uma cerveja com a melhor qualidade e o menor custo.

Com o objectivo de reduzir os custos operacionais - perdas de extracto, energia e mão-de-obra – foi desenvolvido um projecto de optimização das salas de brassagem, em que se passou de três para duas salas de fabrico, aumentando a capacidade de fabrico dessas duas salas, investindo em equipamentos novos, que permitem produzir não só mostos mais concentrados como diminuir os consumos de água e de energia, mantendo a qualidade e as características do mosto.

Após a implementação destas alterações, foi necessário verificar se os novos equipamentos cumprem os parâmetros definidos pelo fornecedor e se cumprem com as especificações definidas pela Heineken.

Assim, o objectivo deste trabalho foi acompanhar o projecto de optimização das duas salas de brassagem, através da monitorização do funcionamento dos novos equipamentos, garantido o cumprimento dos parâmetros definidos pela Heineken para os mesmos. Durante este acompanhamento, foi dado um maior ênfase à monitorização da eficácia do filtro, tendo sido analisados parâmetros que afectavam o funcionamento do filtro, nomeadamente sacarificação do empaste, mosto e dreche, viscosidade do mosto, pH nas caldeiras e parâmetros que forneciam

informação relativamente ao cumprimento das especificações do equipamento impostas pela Heineken, como a turvação do mosto, resíduos totais no mosto, extracto da dreche, entre outros. O projecto de optimização foi realizado para a cerveja Sagres Branca, com extracto 16,7°P. Foi de extrema importância realizar esta monitorização uma vez que é uma condição necessária para validar o projecto.

## 2- A cerveja

A cerveja é uma bebida obtida através de fermentação alcoólica de um mosto preparado a partir de malte de cereais, principalmente cevada e outras matérias-primas amiláceas ou açucaradas, ao qual foram adicionados lúpulo e água potável. A fermentação é realizada mediante leveduras seleccionadas do género *Sacharomyces* (Portaria nº1/96 de 3 de Janeiro). O álcool deve ser produzido unicamente a partir de açúcares fermentescíveis presentes no mosto, obtidos por conversão enzimática do amido (Eßlinger & Narziß, 2012). É uma bebida que contém compostos que lhe conferem um valor nutritivo elevado, como antioxidantes, minerais, algumas vitaminas, fibra e possui, para além disso, um baixo teor alcoólico (Bamforth, 2001). De acordo com a Portaria nº 1/96 de 3 de Janeiro, o tipo de cerveja é definido de acordo com o teor alcoólico e com o extracto primitivo.

Pensa-se que a primeira cerveja tenha sido fabricada por acidente na região do Nilo Azul, cerca de 7.000 a.C. Denominada por “sopa de cereal”, surgiu da fermentação ao ar livre de uma mistura que continha cereal maltado e água (Paquete, 2007). No período Babilónico já existiam cerca de duas dezenas de diferentes tipos de cerveja, com base em combinações de plantas aromáticas e no maior ou menor emprego de mel, cevada, trigo e malte. O mais antigo texto jurídico conhecido como “Código de *Hammurabi*”, incluía várias regras alusivas ao fabrico, comercialização e consumo de cerveja (Paquete, 2007). Na Europa, a cerveja era uma bebida muito apreciada pelas tribos germânicas e era fabricada diariamente pelas mulheres, uma vez que produzir cerveja e pão fazia parte do seu trabalho nas culturas primitivas (Kunze,1996). Na idade média, mosteiros e abadias tomaram posse da produção de cerveja, dado que era um produto que os ajudava a passar os difíceis dias de jejum. Esses períodos caracterizavam-se pela abstinência dos monges em termos de comida sólida, mas nada os impedia de ingerir líquidos (Paquete, 2007). A mudança para uma produção “industrial”, ocorreu nas cervejeiras da religião Cristã, mosteiros e conventos, onde a cerveja não era produzida apenas para consumo próprio, mas também como forma de pagamento (Kunze,1996). Os Mosteiros Católicos, durante a época medieval, foram os grandes guardiões e experimentalistas das técnicas de brassagem (Paquete, 2007). Desde essa época que a cerveja passou a ser produzida por homens, permanecendo assim até ao dia de hoje (Kunze,1996). Face ao uso na produção de cerveja de vários cereais que muitas vezes não se encontravam nas melhores condições e que representavam um perigo para a saúde, o Duque Wilhelm IV, a 23 de Abril de 1516, proclamou a “*Reinheitsgebot*”, a Lei da pureza, na qual estava estabelecido que a cerveja apenas podia ser produzida com cevada, água e lúpulo (Kunze,1996; Paquete, 2007; Eßlinger & Narziß, 2012). A cerveja, como hoje é conhecida, só é possível devido ao avanço tecnológico. Na era moderna, em 1765, James Watt inventou a máquina a vapor, o que permitiu a industrialização e racionalização da produção cervejeira. Os estudos de Carl Linde contribuíram para a descoberta da refrigeração

artificial (Teoria da Geração de Frio Artificial). Em 1876, os estudos sobre o fermento e os microrganismos de Louis Pasteur possibilitaram o início da preservação dos alimentos devido ao método da pasteurização. Aproveitando o desenvolvimento do microscópio, Emil Christian Hansen, descobriu a existência de células de levedura de baixa fermentação (Paquete, 2007).

## **2.1- Matérias-primas**

Para a produção da cerveja são necessários quatro matérias-primas: malte de cevada, lúpulo, água e levedura. O malte de cevada pode ser combinado com outros cereais não maltados ou com outros materiais (extractos de malte ou xaropes) que confirmam açúcares ao mosto. A qualidade destas matérias-primas é decisiva na qualidade do produto final. O conhecimento das propriedades das matérias-primas, o seu efeito no processamento e no produto, possibilita otimizar o seu manuseamento, processamento e controlar todo o processo de fabrico (Kunze, 1996). De seguida serão apresentadas cada uma das matérias-primas, as suas características e a sua importância na produção de cerveja.

### **2.1.1- Malte de cevada**

A cevada é a matéria-prima principal na produção de cerveja e para ser usada no seu fabrico, tem que passar pela etapa de maltagem. É o cereal mais adequado para a produção de malte e cerveja - pois apresenta uma elevada taxa de formação de enzimas, um teor adequado de proteínas (9-11,5%) elevado conteúdo em amido e contém casca que funciona como protecção e como cama filtrante na etapa de filtração (Eßlinger & Narziß, 2012). Possui vantagens em relação aos outros cereais por ser mais fácil de regular e controlar os parâmetros do processo de germinação (etapa da maltagem) e confere à cerveja um sabor mais intenso (Eßlinger & Narziß, 2012).

### **2.1.2- Lúpulo**

O lúpulo comporta para a cerveja o sabor amargo e o aroma. A qualidade da cerveja vai portanto depender da qualidade do lúpulo (Kunze, 1996). O lúpulo utilizado provém da planta feminina e pode ser usado inteiro, moído ou em extracto (líquido ou sólido). O lúpulo confere a cerveja o sabor amargo, um aroma específico, promove a clarificação e pode actuar como antisséptico. O lúpulo é classificado de acordo com a sua origem e tipo.

O lúpulo amargo é maioritariamente constituído por resinas ( $\alpha$  e  $\beta$ - ácidos), responsáveis pelo amargor e o lúpulo aromático é maioritariamente constituído por óleos essenciais, substâncias que conferem aroma à cerveja (Eßlinger & Narziß, 2012).

As resinas presentes no lúpulo amargo só conseguem conferir amargor ao mosto depois de os  $\alpha$ -ácidos serem isomerizados a iso- $\alpha$ -ácidos. Para que ocorra a isomerização é necessário temperatura, por isso o lúpulo é adicionado normalmente no início da ebulição do mosto. Por vezes, o lúpulo é também adicionado durante a fermentação para compensar a perda de  $\beta$ -ácidos voláteis durante a ebulição e para reter as características aromáticas da cerveja, conferidas pelos óleos

essenciais do lúpulo aromático. (Iserentant, 2003). Os  $\beta$ -ácidos vão ser oxidados durante a fase de fermentação, influenciando o envelhecimento da cerveja (Kunze, 1996).

### 2.1.3- Água

A qualidade da água é determinante para a qualidade da cerveja (Kunze, 1996), uma vez que a cerveja final é constituída por cerca de 90% de água (Iserentant, 2003). A água é utilizada para produção de mosto, diluição da cerveja no fim da filtração da cerveja fermentada, limpeza e aproveitamento de vapor (Briggs et al., 2004). Esta, independentemente da etapa em que irá ser utilizada, deve ser insípida, inodora, pura, livre de substâncias e organismos que possam afectar ou reduzir a qualidade da cerveja, o conteúdo em sais deve ser equilibrado e o pH não deve afectar a actividade enzimática (Briggs et al., 2004). O pH e o conteúdo em sais vão condicionar o tipo de cerveja produzida, variando normalmente o pH entre 6,5-8,0 e a dureza da água entre 18-79 mg  $\text{CaCO}_3/\text{L}$ . Os principais iões que estão presentes na água são o cálcio, magnésio, sódio, potássio, sulfato, fosfato, cloreto, carbonato, nitritos e em menor concentração, zinco, cobre e ferro (Goldammer, 2008). O conteúdo em minerais (magnésio e zinco) vai influenciar a fermentação, através do impacto provocado na performance da levedura (Iserentant, 2003), e vai afectar o flavour, aroma e corpo da cerveja. (Priest et al., 2006). O conteúdo em sais, juntamente com outros factores, é responsável pelas características de algumas cervejas especiais. A qualidade da água, o seu conteúdo em sais minerais e o pH podem ser ajustados de acordo com as características pretendidas (Iserentant, 2003).

### 2.1.4 – Levedura

A levedura vai ser responsável pela fermentação alcoólica, ou seja, pela conversão dos açúcares em álcool e dióxido de carbono, que é indispensável à produção de cerveja. Vai também ter um papel importante a nível de qualidade da cerveja, devido ao efeito dos subprodutos metabólicos (Kunze, 1996). De acordo com tipo de fermentação realizada, existem três principais tipos de cerveja: “ales”, “lagers” e “lambics”. Se o objectivo é produzir cervejas “ales”, utiliza-se a estirpe *Saccharomyces cerevisiae*, levedura de alta fermentação, ou seja, quando terminam a fermentação, estas floculam no topo da cerveja. Estas são inoculadas a cerca de 16°C e a fermentação ocorre entre os 12-22°C durante 2-3 dias. Se o objectivo é produzir cervejas “lagers”, utiliza-se a estirpe *Saccharomyces uvarum*, levedura de baixa fermentação que, quando terminam de fermentar, sedimentam no fundo do fermentador. Estas são inoculadas a temperaturas baixas entre os 7-10°C e a fermentação também ocorre a baixas temperaturas entre 4-15°C durante 2-7 dias (Iserentant, 2003; Briggs et al., 2004; Willaert, 2007). Se o objectivo é produzir cervejas “Lambic”, o mosto é mantido em contacto com o ar, permitindo o desenvolvimento de microrganismos responsáveis pela fermentação e esta ocorre de forma espontânea, ou seja, não existe adição de levedura (Paquete, 2007). A levedura é escolhida de acordo com: a sua taxa e extensão de desenvolvimento; a taxa e extensão de fermentação; flavour e aroma da cerveja que se quer produzir (Briggs et al., 2004).

### **2.1.5 – Matérias-primas secundárias – Adjuntos**

Para além do malte, podem ser utilizados outros tipos de materiais, denominados de adjuntos, que contribuem para o extracto do mosto. Este tipo de materiais podem ser cereais preparados (como por exemplo, flocos de milho ou arroz, farinha de trigo, grits de arroz ou milho) ou podem ser extractos de malte, açúcares ou xaropes. Os cereais preparados devem ser misturados com o malte no processo de produção de mosto, para que o amido dos adjuntos seja hidrolisado pelas enzimas presentes no malte. Por outro lado, os extractos de malte, açúcares ou xaropes podem ser adicionados na caldeira de ebulição, providenciando mais extracto, concentrando o mosto, diluindo o azoto solúvel e ajustando a fermentabilidade do mosto (Briggs et al., 2004). A principal razão para o uso de adjuntos é estes providenciarem extracto de uma forma menos dispendiosa que o malte, modificarem as características da cerveja, poderem diluir os níveis de lípidos, polifenóis e proteínas solúveis do malte, conferindo maior resistência à turvação, e em alguns casos poderem melhorar a estabilidade da cerveja (Briggs et al., 1981).

Para além dos adjuntos que conferem extracto ao mosto, podem ainda ser adicionadas enzimas de origem microbiológica (Briggs et al., 2004). As enzimas industriais podem ser adicionadas na caldeira, como complemento das enzimas do malte. Estas devem ser utilizadas durante a pré gelatinização dos adjuntos. Também costumam ser adicionadas ao mosto ou cerveja para ajustar a fermentabilidade ou doçura e, através da degradação dos polipeptídeos, reduzir o potencial de formação de turvação (Briggs et al., 1981). Em alguns países o uso de adjuntos é proibido devido à lei de *Reinheitsgebot* referida anteriormente (Briggs et al., 2004).



## 2.2- Processo de fabrico da cerveja

O processo de fabrico é constituído por oito etapas diferentes, apresentadas na fig.1, com características e especificidades únicas que determinam a qualidade da cerveja final. Cada uma das etapas será descrita em seguida, sendo dada maior importância à fase de brassagem. Os adjuntos utilizados são definidos por cada indústria e o processo de maltagem é um processo independente da produção de cerveja por isso é que possuem simbologias diferentes no diagrama da fig 1.

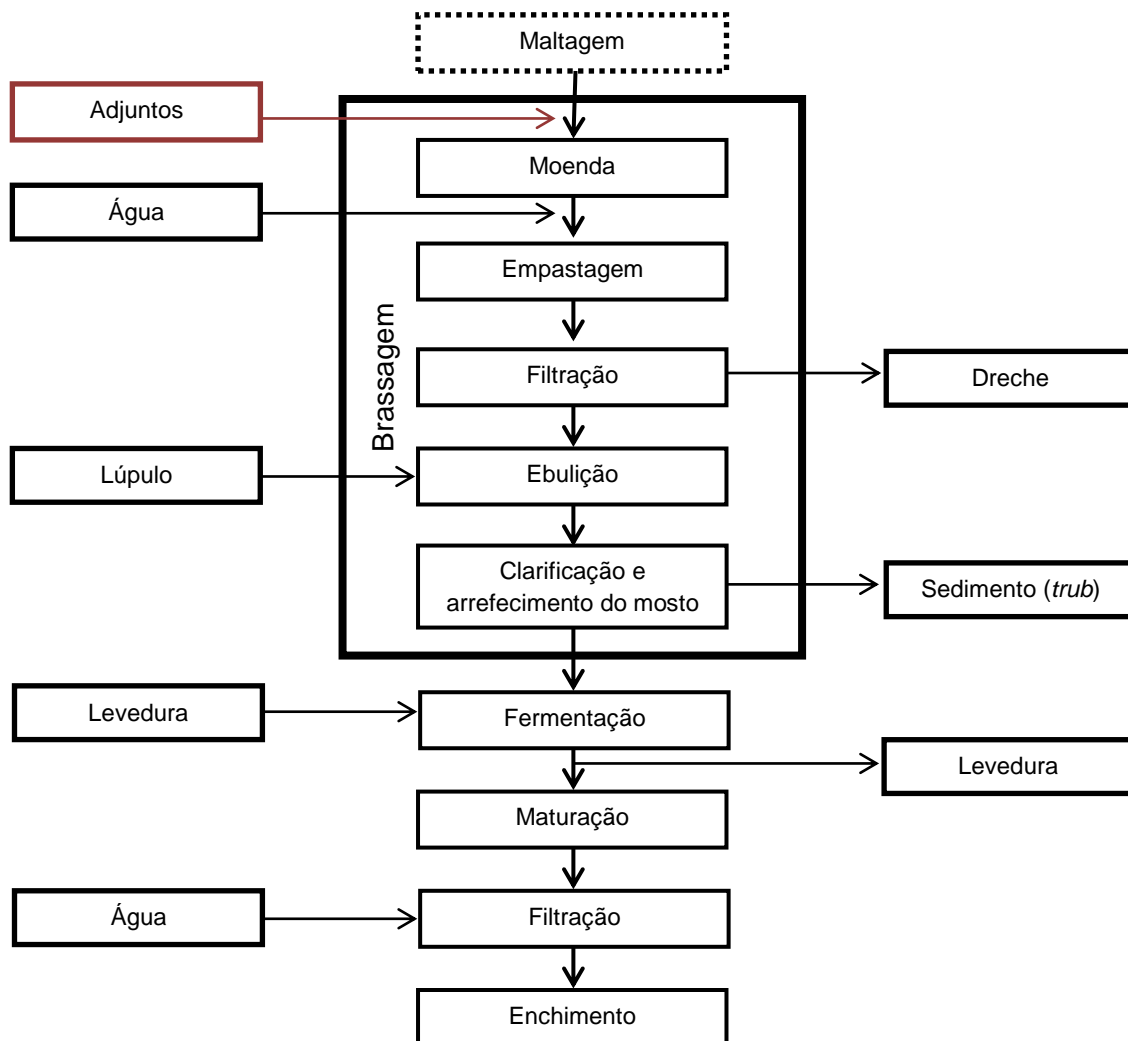


Fig.1: Diagrama de fabrico da cerveja.

### 2.2.1- Maltagem

A produção de malte a partir de cevada é uma tecnologia que não faz parte do processo de produção de cerveja, mas que vai fornecer um dos principais ingredientes para a sua produção. Os objectivos da maltagem são obter o máximo de enzimas necessárias à degradação enzimática que ocorre durante a etapa de brassagem, gerar nutrientes para o desenvolvimento das leveduras, desagregar as paredes celulares do endosperma, solubilizando as  $\beta$ -glucanas e tornando o amido mais acessível (Briggs et al., 1981; Goldammer, 2008). Para isso tem que ocorrer germinação do grão até que o

endosperma, local onde se encontram as reservas que suportam o desenvolvimento do gérmen, tenha sofrido esta degradação (Kunze,1996; Briggs et al., 1981). Durante o processo de maltagem, vão assim ocorrer reacções que levam a modificações no grão, tais como, o aumento da quantidade de algumas enzimas hidrolíticas presentes no grão, degradação parcial (hidrólise, catalise por enzimas) das substâncias de reserva (proteínas e amido) presentes no endosperma amiláceo e consequentemente há uma redução na força dos tecidos e o malte fica com maior friabilidade e mais crocante, comparativamente à cevada não maltada (Kunze, 1996).

Do ponto de vista tecnológico, o processo de maltagem divide-se em três fases: molha, germinação e secagem/torra.

#### **2.2.1.1- Molha**

Durante o armazenamento da cevada, as enzimas importantes no processo de maltagem têm uma actividade reduzida, permanecem inactivas ou são mesmo inexistentes (Kunze, 1996). A fase da molha tem como objectivo preparar o grão para o processo de germinação (Willaert, 2007). A molha é realizada em tanques de imersão circulares ou rectangulares e é constituída por dois a três períodos em que o grão é totalmente imerso em água a 15°C, intervalados com períodos de arejamento, onde a água é drenada e o ar húmido é infiltrado na cama de grãos, sendo fornecido oxigénio ao grão. O aumento do conteúdo em água vai estimular a respiração do embrião e hidratar o amido do endosperma (Hughes & Baxter, 2001). Esta etapa vai depender do tempo e temperatura de imersão, do tamanho do grão e da variedade cevada (Kunze,1996; Eßlinger & Narziß, 2012).

Durante a fase de imersão vai ainda ocorrer uma lavagem dos grãos de cevada, ocorrendo a remoção de sujidade da superfície do grão, bem como dos taninos e de substâncias amargas, ácido silícico e proteínas da casca. Esta lavagem é importante porque estas substâncias podem alterar o sabor da cerveja e provocar turvação (Kunze,1996).

Normalmente a germinação inicia-se ainda na fase de hidratação. Para iniciar a germinação o mais rápido possível, deve ocorrer um fornecimento adequado, ao grão, de água e oxigénio durante a fase de hidratação (Kunze,1996).

#### **2.2.1.2- Germinação**

A germinação tem como objectivos, produzir uma nova planta de cevada a partir do gérmen, produzir enzimas e provocar modificações químicas e estruturais no grão (Willaert, 2007). Esta fase é realizada em câmaras de germinação, com temperaturas entre os 14°C e 18°C. A cevada deve ser espalhada numa camada fina, volteada regularmente para dissipar o dióxido de carbono e garantir uma respiração normal, mantendo a temperatura constante, evitando estratificações de temperatura na câmara e impedindo o enrolamento das radículas (Briggs et al., 2004; Willaert, 2007; Eßlinger & Narziß, 2012).

Nesta fase, o embrião vai produzir  $\alpha$  e  $\beta$ -amilases, que vão actuar sobre o amido, protéases, que vão degradar as proteínas e  $\beta$ -glucanases, que vão degradar as paredes celulares. A quebra das paredes

celulares do endosperma vai facilitar a difusão das enzimas para o interior do endosperma, iniciando-se o processo de degradação das estruturas das células, das fontes proteicas, amido e lípidos (Hughes & Baxter, 2001). Estes nutrientes armazenados no endosperma são convertidos em material solúvel, que irá ser parcialmente consumido pelo embrião, permitindo que este desenvolva as radículas (Eßlinger & Narziß, 2012). Nesta fase, a maior parte do amido permanece intacto, com excepção dos pequenos grânulos que são os primeiros a ser degradados durante a maltagem. Se estes pequenos grânulos persistirem no malte podem provocar problemas de filtração (Barrete et al. 1973; Hughes & Baxter, 2001).

No fim da germinação obtém-se o malte verde.

### **2.2.1.3- Secagem e torra**

A secagem é feita em caixas de secagem e tem como objectivo parar a germinação (morte do gérmen), quando o grão atingiu as modificações pretendidas, diminuir a humidade do malte e permitir uma fácil separação das plântulas (Eßlinger & Narziß, 2012). Para isso é necessário remover a água do malte verde, de modo a garantir que este fique estável. É muito importante ter cuidado com a temperatura a que se faz a secagem, para não se destruir as enzimas com o calor, uma vez que elas vão ser necessárias para degradar o substrato na sala de brassagem. (Kunze, 1996).

A torra pode ser realizada nas caixas de secagem, em torradores ou secadores de torrefacção dependendo da intensidade da torra (Briggs et al., 2004) e tem como objectivos remover os compostos voláteis indesejáveis e desenvolver características sensoriais ao malte (Hughes & Baxter, 2001; Eßlinger & Narziß, 2012). As reacções que vão dar origem à cor e ao *flavour* são complexas e denominam-se reacções de *Maillard* ou reacções de caramelização (Kunze, 1996; Coghe et al., 2005). Estas reacções ocorrem entre os açúcares e os aminoácidos, diminuindo o nível de hidratos de carbono e aminoácidos presentes no mosto produzido com maltes mais escuros (Coghe et al., 2005).

Durante a secagem e torra, o conteúdo da mistura, o volume, o peso e a cor dos grãos de malte vão sofrer alterações. De acordo com o tipo de malte que se pretende obter, pode realizar-se só a secagem, secagem e torra ou só torra, as temperaturas a que o malte verde vai ser sujeito e os teores de humidade que se pretende atingir vão ser diferentes (Eßlinger & Narziß, 2012). A utilização de temperaturas mais baixas permite a produção de mostos mais ricos em enzimas e extracto, no entanto diminui a formação de cor e *flavour* no malte (Briggs et al., 2004). No caso do malte *pale* (maltes brancos), a secagem é feita a temperaturas baixas, nunca superiores a 85°C, atingindo valores de humidade do grão entre 3,5 e 4%. Em maltes mais escuros, após a secagem ocorre a torra entre os 90 e 100°C, e o valor de humidade atingido varia entre 1,5 e 2%. Em maltes especiais, como o Munich, Caramel, Chocolate, Carafa, a torra é realizada acima dos 200°C (Hughes & Baxter, 2001; Briggs et al., 2004; Eßlinger & Narziß, 2012). Se o escurecimento não enzimático for muito intenso, os compostos resultantes da reacção de *Maillard* ficam inacessíveis à hidrólise enzimática durante a empastagem. Estes compostos são responsáveis pelo aumento de viscosidade do mosto, dificultando a filtração (Coghe et al., 2005). Quanto mais escuro é o malte maior irá ser o tempo de

sacarificação, menor será a fermentabilidade (Briggs et al., 2004) e o teor de aminoácidos no mosto. Os maltes mais escuros melhoram a estabilidade da espuma e o corpo da cerveja por acção das melanoidinas (Coghe et al., 2005).

Após a secagem e torra, o malte é arrefecido e as plântulas secas e quebradiças são separadas, colhidas e vendidas para ração animal (Briggs et al., 1981).

No final do processo, o malte deve estar bem modificado de modo a conseguir-se obter, posteriormente, uma moenda fina com a dimensão correcta das partículas de uma forma fácil. Este deve ser convertido no tempo padrão permitindo produzir sempre mosto com características muito uniformes. A separação do mosto deve ser fácil, rápida e repetível e o extracto recuperado deve ser o mais alto que o equipamento permite. O cumprimento destes parâmetros é crucial quando se utiliza um programa com automação e se pretende realizar um número elevado de fabricos por dia (Briggs et al., 2004).

### **2.2.2- Brassagem**

A brassagem é um conjunto de etapas de grande relevância na produção de cerveja, tendo como objectivo a produção de mosto. Ao longo deste processo vão ocorrer várias reacções bioquímicas, nomeadamente na empastagem e na ebulição, que vão permitir a obtenção do extracto do mosto.

Do ponto de vista tecnológico, o processo de brassagem divide-se em cinco etapas: a moenda, a empastagem, a filtração, a ebulição, a clarificação e arrefecimento do mosto.

#### **2.2.2.1- Moenda**

A moenda é uma operação unitária que tem como objectivo expor o conteúdo do endosperma à acção enzimática, optimizando a extracção e conversão dos seus componentes em substâncias de peso molecular mais baixo, durante a empastagem (Kunze, 1996). Esta etapa é realizada em moinhos de rolos ou martelos. Durante esta operação, o malte é moído até à granulometria desejada originando o grits. A friabilidade dos grãos e a proporção de grãos modificados, conseguidos durante a maltagem, são factores muito importantes uma vez que quanto mais quebradiço o malte, maior irá ser a quantidade de material farináceo fácil de solubilizar (Pinto, 2013). O tipo de moinho utilizado e a granulometria do malte e dos adjuntos vai depender do tipo de empastagem e do sistema de filtração utilizado (Briggs et al., 2004). Durante a etapa de empastagem, as enzimas devem estar disponíveis para actuarem sobre os conteúdos do malte, degradando-os. Assim quanto menor a granulometria do malte, maior a superfície disponível para o ataque enzimático, maior é a quebra do material do malte (Kunze, 1996), mais rapidamente as partículas são hidratadas na empastagem, mais rápido são dissolvidas as substâncias solúveis pré formadas e melhor o extracto é lixiviado na lavagem (Briggs et al., 2004). A granulometria da moenda é importante porque afecta: o fabrico de mosto e o tempo de sacarificação, o extracto da brassagem, a fermentação, a permeabilidade e selectividade no processo de filtração da cerveja (conteúdo em  $\beta$ - glucanas), e a cor e sabor da cerveja e outras características

(Kunze, 1996). Quanto mais rápida for a conversão do malte fino, mais rápida a sacarificação, maior vai ser o extracto, o mosto obtido é menos turvo e mais fermentescível. Contudo, moendas muito finas podem provocar filtrações longas devido à colmatagem dos filtros (Briggs et al., 2004).

Utilizando uma moenda muito fina, todo o processo de empastagem pode ocorrer mais rápido e com um rendimento em extracto mais elevado. Em alguns maltes moídos, os níveis de  $\beta$ -glucanas e a viscosidade do mosto podem aumentar. Algumas vezes o flavour da cerveja produzida é melhorado, devido à diminuição dos tempos de empastagem, permitindo uma menor extracção de compostos que confere aromas indesejáveis (Briggs. et al., 2014).

Na moenda é necessário ter especial atenção à maneira como as cascas vão ser tratadas, uma vez que é importante preservá-las pois vão actuar como material filtrante na etapa de filtração (Kunze,1996). Depois de moídos, os materiais vão ser utilizados na próxima etapa, a empastagem.

#### **2.2.2.2- Empastagem**

O objectivo da empastagem é formar o máximo de extracto possível, através da conversão dos materiais insolúveis em solúveis, de modo a permitir que estes passem para o mosto, garantindo a qualidade do extracto. É importante que no mosto os taninos se encontrem em pequenas quantidades, ao contrário dos açúcares e dos produtos da degradação das proteínas, que devem estar presentes em elevadas concentrações (Kunze,1996).

Nesta etapa irá ocorrer a mistura do malte moído com a água, nas proporções e na temperatura correcta de modo a obter-se o empaste - mistura da água com o malte ou adjuntos, que vão sofrer degradação por acção enzimática, a uma temperatura controlada. A empastagem pode ser feita no misturador (*mechamasher*) antes de chegar à caldeira ou pode ser feita directamente nas caldeiras. A água deve sofrer desaeração de modo a evitar oxidações (Willaert, 2007). A empastagem consiste num aumento de temperaturas, seguido de períodos de estabilização, de modo a proporcionar às enzimas tempo para actuarem na sua temperatura óptima. Esta é muitas vezes ajustada para permitir que as enzimas termossensíveis actuem antes de a temperatura aumentar para níveis destrutivos. Durante esses períodos de estabilização vão existir alterações bioquímicas necessárias à obtenção de extracto (Briggs et al., 2004). Os patamares de estabilização podem ser realizados nas seguintes temperaturas (Willaert, 2007):

- 45-50°C para que ocorra a degradação das  $\beta$ -glucanas e a proteólise;
- 62-65°C para que ocorra a produção de maltose por acção da  $\beta$ -amilase;
- 70-75°C para que ocorra a sacarificação por acção da  $\alpha$ -amilase;
- 78°C temperatura final da empastagem para que ocorra a inactivação das enzimas que degradam os hidratos de carbono, fixando a quantidade de açúcares fermentescíveis.

**A consistência do empaste** vai influenciar a conversão do amido, a concentração do mosto, a viscosidade, a temperatura de empastagem, a sobrevivência e a actividade do sistema de enzimas proteolíticas. Os empastes muito espessos são difíceis de agitar e bombear, o extracto recuperado é

reduzido, a conversão do amido é mais lenta, o mosto é mais concentrado e viscoso (Briggs et al., 2004). Nestes empastes, tanto as enzimas como os substratos encontram-se em maiores concentrações (Briggs et al., 2004). Empastes muito finos afectam a composição do mosto uma vez que provocam a inactivação térmica da  $\beta$ -amilase, originando cervejas com um extracto pobre em açúcares fermentescíveis e rico em dextrinas (O'Rourke, 1999).

A elevada concentração de açúcares e dextrinas presentes no mosto espesso, podem provocar a inibição das amilase, pois existe uma redução de água livre disponível, uma vez que os açúcares actuam como inibidores competitivos. A extensão de água ligada torna-se cada vez maior com o aumento da concentração do empaste, deixando de existir água livre suficiente para permitir a gelatinização da maior parte do amido (Briggs et al., 2004).

**A actividade das enzimas** vai depender de vários factores entre os quais a temperatura (maior efeito) e o pH (menor efeito) (Kunze, 1996). A taxa óptima de actuação das enzimas pode ser melhorada através de factores externos como a consistência fina do empaste e a sua composição iónica (O'Rourke, 1999).

A actividade enzimática aumenta com o aumento da temperatura e cada enzima atinge o seu máximo na sua temperatura óptima de actuação. Quando são atingidas temperaturas muito elevadas ocorre um decréscimo rápido da sua actividade, resultante da destruição da estrutura tridimensional da enzima. A sua inactivação e destruição é maior quanto mais alta for a temperatura em relação ao óptimo de actuação da enzima (Kunze, 1996).

A estrutura tridimensional da enzima irá mudar de acordo com o pH do meio onde tem que actuar. A actividade enzimática atinge o seu máximo, específico de cada enzima, e diminui quando o pH se encontra em valores mais altos ou mais baixos que o seu óptimo (Kunze, 1996).

As enzimas são adicionadas na etapa de empastagem: na caldeira das caldas (mistura de água e adjuntos) e na caldeira de empastagem (mistura de malte e água) para garantir que estão presentes em quantidade suficiente, uma vez que as presentes no malte podem ser insuficientes. Na caldeira das caldas as enzimas são adicionadas para provocar a liquefacção e sacarificação do amido, degradação das  $\beta$ -glucanas e hidrólise das proteínas. Na caldeira da empastagem são usadas para acelerar/aumentar a conversão do amido, degradar  $\beta$ -glucanas e acelerar a separação do mosto (Briggs et al., 2004).

A obtenção de extracto só vai ser possível devido à acção enzimática sobre os componentes do malte e adjuntos (Kunze, 1996). A  $\alpha$  e  $\beta$ -amilase são as duas enzimas responsáveis pela conversão do amido durante a empastagem e são formadas durante a maltagem (Briggs et al., 2004).

A  $\alpha$ -amilase actua sobre a ligação  $\alpha$  (1,4) no interior das cadeias de amido produzindo glucose, maltose, maltotriose e dextrinas (Briggs et al., 2004). Estas enzimas vão actuar entre os 72-75°C, são rapidamente destruídas aos 85°C, e o pH óptimo de actuação é entre 5.4 - 5.5 (Kunze, 1996). A degradação é mais lenta no extremo das cadeias e cessa perto da ligação  $\alpha$  (1,6). Existem três tipos

de  $\alpha$ -amilase. A  $\alpha$ -amilase I existe em pequenas quantidades no malte comparativamente com as outras duas, é relativamente resistente ao ácido, é um agente ligante pois estabelece uma ligação forte com os iões de cálcio e é inibida por pequenas quantidades de iões de metais pesado como o cobre. A  $\alpha$ -amilase II é resistente ao calor, principalmente na presença em excesso de iões de cálcio e metais pesados, mas é inibido na presença de agentes ligantes que permitem a ligação ao cálcio, não é uma enzima completamente estável na empastagem, o seu pH óptimo é 5,3 e é instável a pH menor que 4,9. A  $\alpha$ -amilase III é um complexo de  $\alpha$ -amilase II e de pequenas proteínas que limitam a actividade enzimática e provavelmente é destruído à temperatura de conversão do amido (Briggs et al., 2004).

A  $\beta$ -amilase existe na cevada na forma solúvel e insolúvel, possuindo um enorme valor quando a cevada é utilizada crua, como adjunto. Durante o processo de maltagem, a proporção de enzimas livres e solúveis aumenta e a sua extracção é facilitada (Briggs et al., 2004). Esta enzima actua, catalisando a hidrólise da penúltima ligação  $\alpha(1,4)$  da extremidade da cadeia redutora de amilose e de amilopectina, libertando maltose e produzindo maltotriose e glucose (Kunze, 1996; Briggs et al., 2004). No entanto, a enzima não hidrolisa as ligações  $\alpha(1,4)$  perto das ligações  $\alpha(1,6)$  na amilopectina ou dextrina. A temperatura de actuação óptima é de 60-65°C, é inactivada aos 70°C e o pH óptimo de actuação desta enzima é entre 5,0 e 5,3 (Kunze, 1996; Briggs et al., 2004). Esta enzima é mais sensível ao calor e aos iões de metais pesados do que a  $\alpha$ -amilase, sendo por outro lado mais resistente à acidez moderada e a agentes ligantes (Briggs et al., 2004).

Na empastagem, algumas ligações  $\alpha(1,6)$  podem ser degradadas por dextrinases limite ou por  $\alpha$ -glucosidase, permitindo que as cadeias interiores possam ser quebradas pela  $\alpha$ -amilase e para que as cadeias não redutoras possam ser atacadas pela  $\beta$ -amilase. A  $\alpha$ -glucosidase possui diferentes formas de acordo com a especificação do substrato e a proporção de componentes insolúveis. Esta possui capacidade de catalisar a hidrólise de pequenas moléculas como a maltose. O pH óptimo de actuação desta enzima é de 4,6 e a temperatura óptima é de 40-45°C. Esta enzima degrada os grânulos de amido e actua sinergicamente com a  $\alpha$ -amilase (Briggs et al., 2004).

Durante a produção de mosto vão ocorrer vários processos de degradação dos quais se destacam: a degradação do amido; a degradação das  $\beta$ -glucanas e a degradação proteica (Kunze, 1996).

**O amido** é degradado em açúcares fermentescíveis que vão ser fermentados, formando o componente mais importante da cerveja, o álcool.

Os grânulos de amido não são puros, possuem cinza, lípidos e proteína. A temperatura de gelatinização do amido aumenta com o aumento da concentração de açúcares no líquido circundante e com o aumento do tamanho do grânulo de amido. Os principais componentes do amido são a amilose e a amilopectina. Na amilose predominam as ligações  $\alpha(1,4)$  de cadeias lineares de D-glucopirronose. A presença ocasional de ligações  $\alpha(1,6)$  indica uma hidrólise incompleta de amilose

pela  $\beta$ -amilase. Em solução a amilose pode sofrer retrogradação, ou seja, dá-se uma reorganização estrutural e separa-se da solução. O material retrogradado é resistente ao ataque enzimático, por isso não vai ser convertido em extracto durante a empastagem. Devido à sua forma helicoidal, a inclusão de composto pode ser formada com lípidos ou iodo presente na hélice. A amilopectina é uma mistura de moléculas altamente ramificadas, com ligações  $\alpha$  (1,4) entre cadeias e cerca de 26 unidades de glucose ligadas por pontes ramificadas com ligações  $\alpha$  (1,6). É menos solúvel em água do que a amilose. As suas moléculas polissacáridos possuem uma estrutura cristalina. Nos grânulos de amido, as regiões cristalinas vão alternando com as regiões amorfas, sendo estas mais facilmente atacadas por enzimas (Briggs et al., 2004).

A degradação do amido ocorre em três etapas:

- **A gelatinização** é uma fase durante a qual não ocorre reacção química, mas sim física. Os grãos de amido presentes na solução aquosa quente vão absorver uma quantidade de água elevada, resultando no aumento do volume dos grãos, fazendo-os entumescer, e por fim acabam por rebentar, formando uma solução viscosa. Devido à gelatinização, o amido já não está agregado em grãos sólidos, podendo ser atacado directamente por enzimas (amilases) presentes no empaste (Kunze, 1996). O ataque deve acontecer antes de ocorrer a retrogradação da amilose (Briggs et al., 2004) Se não ocorre-se gelatinização, o grão de amido iria demorar vários dias a ser degradado.

- **Na liquefacção** vai dar-se uma redução da viscosidade das cadeias de amido gelatinizadas pela  $\alpha$ -amilase. As longas cadeias de glucose que compõe o amido (amilose e amilopectina) são rapidamente partidas em cadeias mais pequenas pela  $\alpha$ -amilase. Isto provoca uma redução muito rápida da viscosidade do empaste gelatinizado. A  $\beta$ -amilase só consegue degradar lentamente as grandes cadeias de extremidades não redutoras, pelo que a degradação apenas com esta enzima iria demorar vários dias (Kunze, 1996).

- **A sacarificação**: consiste na degradação completa do amido em glucose, maltose, maltotriose, e dextrinas através da quebra progressiva das cadeias de amilose e amilopectina pela  $\alpha$ -amilase. A  $\beta$ -amilase separa os dois resíduos de maltose da nova cadeia de extremidades não redutoras, produzindo cadeias mais pequenas. A degradação da amilopectina cessa perto da ligação  $\alpha$  (1,6), uma vez que tanto a  $\alpha$ -amilase como a  $\beta$ -amilase não conseguem quebrar esta ligação, obtendo-se as dextrinas limite que vão estar sempre presentes no mosto. A enzima dextrinase limite, presente no malte, ao contrário da  $\alpha$ - e  $\beta$ -amilase, consegue quebrar a ligação  $\alpha$  (1,6). Para isso, o mosto deve encontrar-se à temperatura óptima de 55-60°C. Aos 65°C a enzima é inactivada, por isso existe pouco tempo para actuar durante a empastagem (Kunze, 1996). Devido aos diferentes comprimentos das cadeias, outros açúcares como a glucose e a maltotriose, são produzidos, tal como a maltose. Nesta fase, a adição de íons de cálcio estabiliza as enzimas, optimizando a etapa de sacarificação (O'Rourke, 1999).

Dos produtos resultantes da degradação do amido, a glucose é o primeiro açúcar a ser utilizado pela levedura, seguindo-se o consumo de maltose. A maltotriose só é fermentada depois de toda a



maltose ter sido utilizada, e pode ser fermentada por todas as estirpes de fermentação de topo. Por fim as dextrinas não são fermentadas (Kunze, 1996).

A quebra de amido deve ser monitorizada por causa dos resíduos não degradados e das cadeias longas de dextrinas que causam turvação no mosto. O controlo é feito através do teste de iodo, utilizado para confirmar se a sacarificação está completa. Este teste consiste na análise da reacção entre a solução de iodo e o amido. Caso exista presença de amido e de longas cadeias de dextrinas, obtém-se uma solução de tons azul/roxo. Caso o amido tenha sido degradado e apenas exista presença de açúcares fermentescíveis e pequenas cadeias de dextrinas, o iodo não reage e obtém-se uma solução amarela/castanha (Kunze, 1996).

**A parede celular** do endosperma da cevada é uma rede fixa de proteínas, celulose e hemicelulose, ligadas por  $\beta$ -glucanas (Kunze, 1996). A degradação da parede celular começa na maltagem e continua durante a empastagem pela acção da endo- $\beta$ -glucanases,  $\beta$ -glucana solubilase e  $\beta$ -glucanase (Willaert, 2007). Em contraste com a estrutura entrelaçada do amido, as moléculas de  $\beta$ -glucana são longas e não ramificadas. Estas, quando sujeitas a certas circunstâncias, têm tendência a formar géis, e se não forem degradadas vão aumentar a viscosidade da cerveja, dificultar a filtração e diminuir o extracto recuperado. A degradação insuficiente das pentosanas pode resultar em problemas de filtração e turvação (Willaert, 2007). Se a degradação da parede celular for insuficiente, o acesso das enzimas à proteína e ao amido será restrito e o extracto obtido a partir do malte será menor (O'Rourke, 1999). As endo- $\beta$ -glucanases, que possuem a sua temperatura óptima entre os 45 e os 50°C, só conseguem degradar parte dos filamentos interligados das  $\beta$ -glucanas. Se se utilizar o tempo de descanso correcto à temperatura óptima de acção das endo- $\beta$ -glucanases e um malte bem modificado com um elevado número de enzimas, é possível degradar a maior parte das  $\beta$ -glucanas, tornando-as solúveis e diminuindo o risco de formação de gel. No entanto, a partir do momento em que a temperatura sobe, as endo- $\beta$ -glucanases, termossensíveis, são inactivadas. Por outro lado, acima dos 70°C, vai ser activada a  $\beta$ -glucana solubilase, que liberta as moléculas dos compostos das  $\beta$ -glucanas de elevado peso molecular, da proteína, mas não os degrada. Assim, como as endo- $\beta$ -glucanases já foram inactivadas anteriormente, será de esperar a presença de moléculas de alto peso molecular de  $\beta$ -glucanas, mas estas, em comparação com a presença de géis de  $\beta$ -glucanas, não são tão relevantes (Kunze, 1996).

**As proteínas** são progressivamente degradadas por hidrólise originando péptidos, cadeias de aminoácidos de menor dimensão, e também aminoácidos, durante a empastagem (Briggs et al., 2004). A quebra das proteínas por acção enzimática das protéases dá-se, predominantemente, entre os 45 e 50°C. Num período de estabilização a 45°C, são formados produtos com menor peso molecular e a 50°C, são formadas substâncias com maior peso molecular. Os produtos obtidos pela degradação das proteínas vão influenciar a fermentação, o *flavour*, a cor, o corpo da cerveja, a espuma da cerveja e sua susceptibilidade à formação de turvação (Kunze, 1996; Briggs et al., 2004; Willaert, 2007).

**Os lípidos** que predominam no malte são os triglicéridos e os que predominam no mosto são os ácidos gordos livres (Briggs et al., 2004).

A quantidade de lípidos extraídos para o mosto aumenta com o uso de maltes bem modificados, de uma moagem fina, de temperaturas elevadas na empastagem e na lavagem (*sparging*), da espessura da dreche mais fina durante a separação do mosto e do uso de pequenas proporções de adjuntos. A quantidade de lípidos aumenta através de uma filtração rápida, e de uma compressão elevada do empaste, recuperando o extracto residual. Normalmente mostos mais turvos possuem um maior teor de lípidos e por isso é usual tentar reduzir a sua turvação e a quantidade de lípidos presente, embora a presença destes aumente a taxa de fermentação. Durante a empastagem, alguns lípidos podem ser oxidados, pelo oxigénio presente no empaste, em substâncias mais polares. As lípases vão ser activadas durante a empastagem. Os ácidos insaturados são parcialmente oxidados pelo oxigénio na presença das lipoxidases (Briggs et al., 2004).

**Os polifenóis** do malte são parcialmente dissolvidos e destruídos durante a empastagem, através de reacções oxidativas catalisadas, na sua maioria, pela peroxidase. A natureza do material fenólico presente no mosto é influenciada pela intensidade da torra na maltagem, pela disponibilidade de oxigénio durante a empastagem e pelo programa de empastagem. A empastagem e a lavagem (*sparging*) a elevadas temperaturas levam a uma maior extracção de polifenóis para o mosto (Briggs et al., 2004).

Durante o empaste, com o aumento do tempo e da temperatura, os taninos e as proantocianidinas são libertados das cascas e do endosperma. Os taninos de menor peso molecular possuem um efeito positivo devido à sua reduzida actividade, o que evita o consumo de oxigénio durante a empastagem e a filtração (Kuzne, 1996). Na empastagem vão ocorrer interacções entre as proteínas e os polifenóis. No empaste, e mesmo no mosto, há uma parte das proantocianidinas que se encontra livre na solução, outra que se encontra ligada a proteínas solúveis e outra que está ligada a proteínas insolúveis. São extraídos mais polifenóis durante a empastagem a partir de maltes bem modificados porque supostamente contém menos proteína insolúvel presente no grão e assim, só uma pequena porção de fenóis está ligada (Briggs et al., 2004).

**Os iões de cálcio** interagem com os componentes do mosto provocando um efeito no empaste e no pH do mosto. Os iões de cálcio interagem com os componentes do empaste como fosfatos inorgânicos, ácido fítico e, em menor escala, com péptidos, proteínas e provavelmente com outras substâncias que libertam iões de hidrogénio na empastagem e reduzem o pH. O fosfato de cálcio tende a precipitar, e este fenómeno ocorre mais rapidamente em mostos a temperaturas mais elevadas. A interacção entre o fosfato e iões de cálcio podem contribuir para a descida indesejável do pH durante a empastagem (Briggs et al., 2004).

A adição de iões de cálcio à empastagem reduz as quantidades de fosfatos na solução mas, aparentemente, não reduz até ao nível pretendido. Por outro lado, favorece a estabilidade de enzima  $\alpha$ -amilase através do ajuste de pH durante a empastagem, acelera a separação do mosto do

empaste, melhora a clarificação da cerveja e favorece a floculação da cerveja. Os cristais de oxalato de cálcio (que na cerveja pode conferir turvação ou excesso de espuma - *Gushing*) são precipitados e o ácido oxálico, que é potencialmente tóxico, deixa de estar presente (Briggs et al., 2004).

A empastagem é a etapa mais importante no processo de fabricação de mosto e é realizada em caldeiras de aço inoxidável ou cobre, aquecidas por vapor ou água quente através de tubos semicirculares soldados no topo e no fundo da caldeira (Willaert, 2007). As caldeiras possuem pás de agitação, e o seu desenho é importante para garantir que o empaste é feito com uma agitação correcta. Se não existir agitação durante o período de estabilização, vão existir diferenças de temperatura no empaste (mistura heterogénea) prejudicando a actuação enzimática e a extracção dos açúcares, aumentando o tempo de sacarificação e filtração e provocando a obtenção de um rendimento mais baixo do extracto (Kunze, 1996). Quando são adicionados alguns adjuntos, a empastagem destes deve ser realizada numa caldeira à parte, pois estes podem possuir uma temperatura de gelatinização do amido mais elevada que o malte e portanto a empastagem deve ser efectuada a temperaturas mais altas (Willaert, 2007).

De acordo com a forma como a temperatura é aumentada a empastagem pode ser feita de dois modos: por infusão ou por decocção (Kunze, 1996). A principal diferença é a fiabilidade do controlo da temperatura.

- **Empastagem por infusão**

O processo de empastagem por infusão é o mais simples porque o empaste é todo aquecido com períodos de estabilização específicos, de acordo com as temperaturas óptimas de actuação enzimática, até se atingir a temperatura final da empastagem, e em seguida a mistura sofre a ebulição sem que ocorra separação entre o mosto e empaste (Kunze, 1996).

Neste processo apenas se utiliza uma caldeira, e como o empaste não é bombeado não existe injeção de ar, diminuindo a oxidação dos polifenóis, responsáveis por uma cerveja final mais escura e com um sabor menos agradável.

Kunze (1996) refere que a utilização do método de infusão é vantajosa pois pode ser automatizado, requer menos 20 - 50% de energia e as reacções ao teste de iodo são melhores que o processo por decocção. No processo de decocção, como parte do empaste já foi fervido e a outra parte não, a degradação do amido no empaste é heterogénea, sendo mais difícil verificar se o empaste se encontra sacarificado quando colocado em contacto com o iodo. No entanto, é desvantajoso pois o rendimento do extracto é mais baixo.

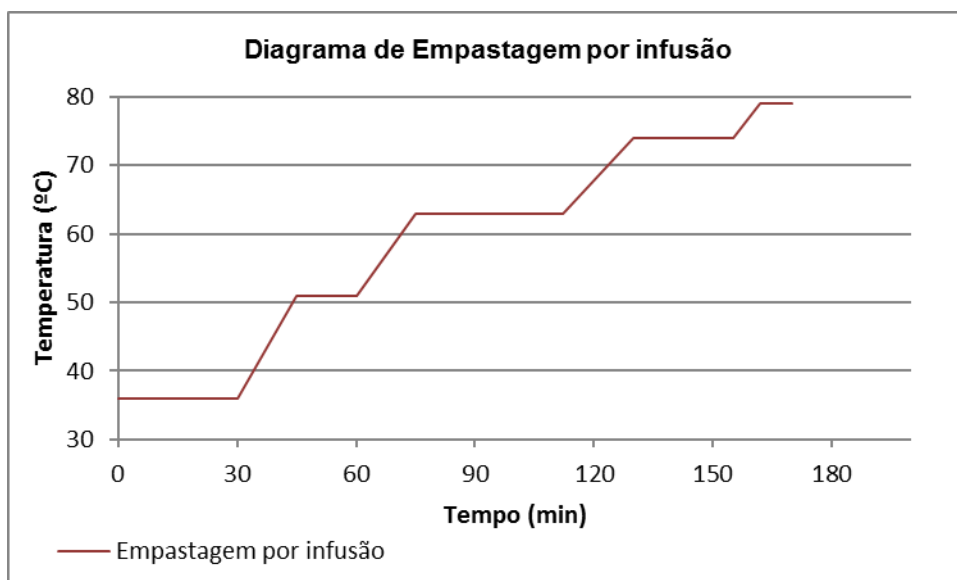


Fig.2: Exemplo de diagrama de empastagem por infusão.

- **Empastagem por decocção**

Neste processo, o empaste não é aquecido todo à mesma temperatura. Uma parte do empaste é removido e aquecido à parte, até atingir a temperatura de ebulição. Quando é atingida essa temperatura, a parte do empaste que sofreu o aumento de temperatura vai ser bombeado novamente para o interior da caldeira principal e ao misturar-se com o resto da empastagem, a temperatura vai aumentar até ao próximo patamar de estacionamento. A remoção e ebulição de apenas parte do empaste tem os seguintes efeitos: menor separação das proteínas no empaste fervido devido ao rápido aquecimento; gelatinização e sacarificação do amido mais intenso; aumento da extracção das cascas; aumento da formação das melanoidinas; aumento da remoção do dimetilsulfito (DMS); actividade enzimática menor no empaste total e possibilidade de um rendimento em extracto superior. Dependendo do número de ebulições que são feitas podemos ter três tipos de processos de decocção: simples, duplo ou triplo (Kunze, 1996). A empastagem por decocção tripla consome muita energia e só é realizada em cervejas especiais (Willaert, 2007). O sistema de decocção é feito com uma moagem mais fina do grãos. Este empaste é relativamente fino, por isso pode ser movimentado através de bombas e pode ser agitado (Briggs et al., 2004).

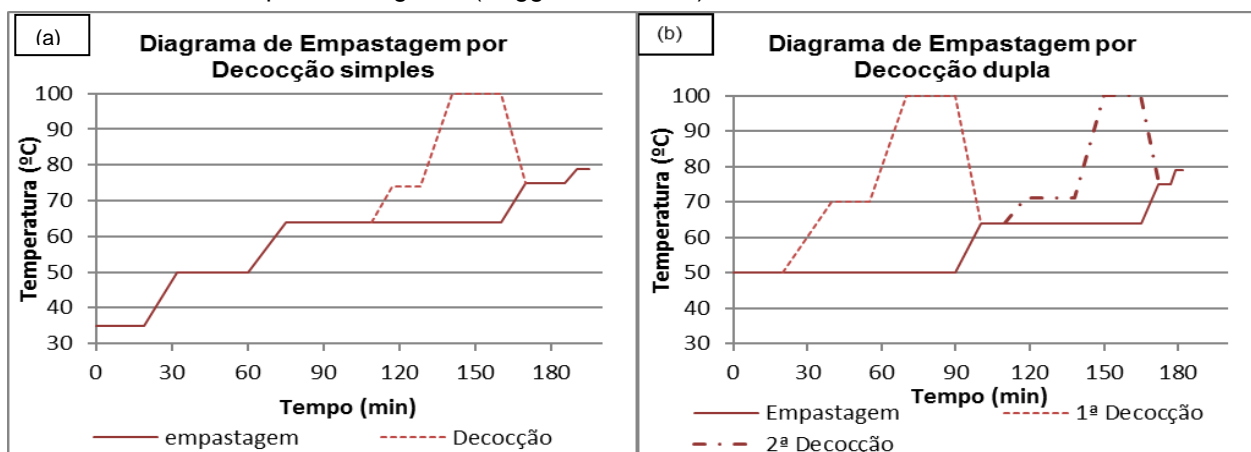


Fig. 3: Exemplos de diagramas de empastagem por decocção simples (a) e decocção dupla (b).

Após a empastagem, o empaste é transferido para o filtro onde vai ser filtrado.

### 2.2.2.3- Filtração do mosto

No fim do processo de empastagem, é obtido uma mistura com substâncias dissolvidas e outras não dissolvidas que é necessário separar, uma vez que apenas o mosto, parte aquosa da solução, resultante da extracção e hidrólise do amido, irá ser utilizado para produzir cerveja. A parte insolúvel, constituída por resíduos do malte maltado moído depois da empastagem, cascas e substâncias que não passaram para a solução é intitulada de dreche (Kunze, 1996; Hughes & Baxter, 2001). A dreche vai ser utilizada como material filtrante (Kunze, 1996). Durante a filtração, as enzimas residuais podem ainda actuar até o fim da filtração, de modo a sacarificar algum amido que só tenha sido exposto durante esta etapa.

A filtração do mosto pode ser feita por Cuba Filtro (*lauter tun*) ou por Filtro Empaste (*mash filter*). O sistema de filtração utilizado deve garantir uma elevada qualidade do mosto (composição química e clarificação), uma lavagem eficiente (rendimento em extracto) e uma taxa elevada de fluxo filtrado específico (Schneider et al., 2005). A filtração por *lauter tun* é feita numa caldeira com duplo fundo, onde a dreche fica retida formando uma cama filtrante, e o mosto é filtrado através da dreche (Kunze, 1996). Devido à sua profundidade e ao diâmetro da caldeira, a filtração é rápida (Priest, 2006). O empaste entra suavemente através de uma das portas laterais ou do topo, reduzindo a possibilidade de turbulência e de entrada de ar (Briggs et al., 2004). Após o enchimento, a dreche assenta durante 20-30 minutos sobre uma rede de arame, formando uma cama filtrante. O primeiro mosto, acumulado entre o fundo da caldeira e o fundo falso, ainda possui algumas partículas, pelo que volta a ser bombeado para ser novamente filtrado. No final da filtração é adicionada água quente (75-78°C) para proceder à lavagem da dreche e extrair o extracto remanescente que possa ainda permanecer na dreche. Por fim ocorre a descarga da dreche (Willaert, 2007).

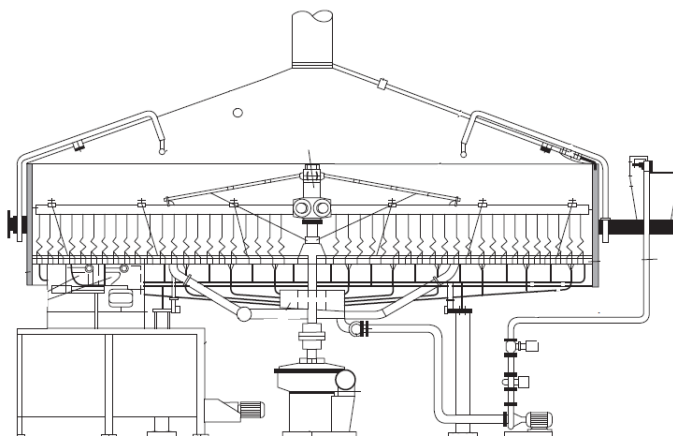


Fig. 4: *Lauter tun* (Fonte: Briggs et al., 2004)

A filtração por *mashfilter* é feita num filtro rectangular, composto por placas filtrantes. Dependendo do tipo de placas utilizadas, a granulometria do malte moído vai ser diferente e quanto mais fina a granulometria melhor vai ser o extracto recuperado (Briggs et al., 2004). O filtro utiliza pressão e uma cama de dreche filtrante fina, ao contrário do *lauter tun* em que o mosto é filtrado por uma camada grossa. A utilização de uma camada fina de dreche faz com que a filtração ocorra principalmente através das placas filtrantes, providenciando uma filtração rápida e uma extracção mais eficiente (Kunze, 1996; Priest, 2006; Willaert, 2007). A filtração com o *mashfilter* ocorre em quatro principais fases: enchimento, filtração, lavagem e descarga da dreche. Primeiro ocorre o enchimento dos filtros e só depois se inicia a filtração, obtendo-se o primeiro mosto. No fim da filtração ainda há extracto presente na dreche que tem de ser recuperado. Para isso, inicia-se a etapa de lavagem (*sparging*), em que a dreche é lavada com água quente. Esta água de lavagem vai diluir o mosto. O extracto diminui significativamente do primeiro para o segundo mosto. A lavagem ocorre até se extrair o extracto pretendido. Por fim ocorre a descarga da dreche que irá ser utilizada para ração animal (Kunze, 1996).

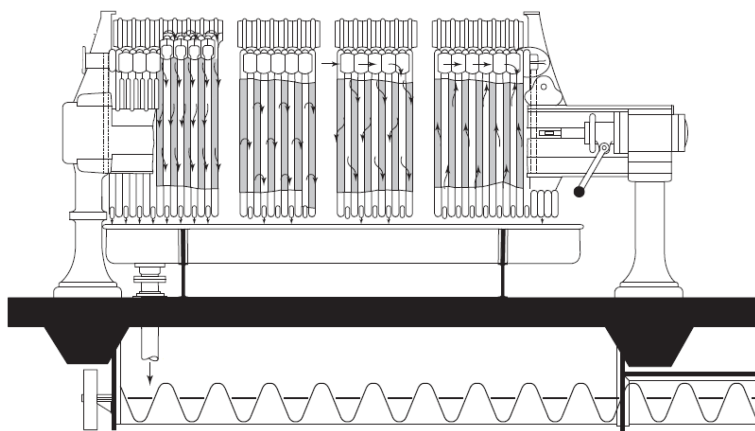


Fig.5: *Mashfilter* (Fonte: Briggs et al., 2004)

Depois de ser filtrado, o mosto é armazenado no tanque tampão.

#### 2.2.2.4- Ebulição do mosto

O mosto que se encontra armazenado no tanque tampão é transferido para a caldeira de ebulição. Nesta fase ocorre a adição de lúpulo e o mosto é fervido, atingindo os 100°C e permanecendo a esta temperatura durante 1 hora. É importante que o mosto seja fervido e agitado para evitar a permanência de sedimento (*trub* – proteína coagulada que é separada do mosto depois da empastagem) no mosto. Uma agitação insuficiente ou excessiva irá aumentar o tempo de clarificação do mosto (Hughes & Baxter, 2001; Briggs et al., 2004). Nesta fase podem ser adicionados alguns adjuntos, como xaropes de açúcar ou extracto de malte, para melhorar as características do mosto (Briggs et al., 2004). Durante a ebulição vão ocorrer algumas transformações no mosto fervido, tais como, inactivação enzimática das enzimas do malte, esterilização do mosto, extracção e

isomerização dos compostos derivados do lúpulo, coagulação das proteínas, formação de complexos de proteínas/polifenóis, formação de complexos de *flavour* e cor, formação de substâncias redutoras que conferem ao mosto potencial redox, que irá proteger o mosto de oxidações nas fases seguintes da produção de cerveja, diminuição do pH, concentração de extracto do mosto através da evaporação da água, produção e evaporação do dimetilsulfureto (DMS), evaporação dos compostos voláteis formados na empastagem e derivados do lúpulo adicionado (Kunze, 1996; Briggs et al., 2004).

### **Extracção e transformação dos compostos do lúpulo**

As resinas do lúpulo ( $\alpha$  e  $\beta$ -ácidos) são os componentes mais importantes para as características sensoriais da cerveja uma vez que conferem à cerveja o sabor amargo. Os  $\alpha$ -ácidos, durante a ebulição, vão sofrer isomerização, alterando a sua estrutura e produzindo os iso- $\alpha$ -ácidos, compostos mais solúveis. Os óleos essenciais do lúpulo tornam-se voláteis durante a ebulição do mosto. Como é desejável a sua presença no mosto, estes devem ser adicionados a 15-20 minutos do fim da ebulição, de modo a reter o máximo possível de óleos do lúpulo. Os polifenóis do lúpulo, taninos, proantocianidinas e outros, são solúveis em água, dissolvendo-se imediatamente e possuem um papel importante na formação do *trub* (Kunze, 1996).

### **Formação e precipitação dos complexos de proteínas/polifenóis**

Na ebulição, com o aumento da temperatura, a estrutura terciária das proteínas, necessária à actividade enzimática, vai ser degradada e os grupos hidrofóbicos vão emergir. Nesta altura, poderão interagir com outros grupos hidrofóbicos de modo a reduzir a solubilidade das proteínas, provocando a sua coagulação (Briggs et al., 2004). Os polifenóis do lúpulo e do malte vão dissolver-se completamente no mosto e vão formar compostos com as proteínas. Uma vez que os polifenóis presentes no mosto se encontram, na sua maioria, na forma oxidada e como as moléculas de proteínas possuem diferentes tamanhos, são formados complexos com diferentes características: os complexos constituídos por proteínas e polifenóis ou por proteínas e polifenóis oxidados são insolúveis no mosto quente e vão precipitar durante a ebulição do mosto como *trub* ou *hot break*; os complexos formados por produtos resultantes da degradação de proteínas e polifenóis remanescentes na solução durante a ebulição, só precipitam quando o mosto é arrefecido (Kunze, 1996), a temperaturas abaixo dos 80°C, uma vez que a 100°C não são estáveis, sendo encontrados no *cold break*. No entanto são necessárias algumas proteínas para formar a espuma e corpo da cerveja (Briggs et al., 2004).

### **Esterilização do mosto**

É importante garantir que o mosto está esterilizado, porque a presença de outros microrganismos irão prejudicar o desempenho da levedura durante a fermentação, uma vez que irão consumir os nutrientes disponíveis e a levedura não conseguirá converter todo o açúcar em álcool e dióxido de carbono (Kunze, 1996). Para além disso, a presença de microrganismo pode levar à produção de metabolitos que irão alterar o sabor e aparência da cerveja.

## **Desnaturação das enzimas**

Durante a ebulição do mosto ainda existem algumas enzimas termorresistentes, que vão ser totalmente destruídas, e consequentemente, as alterações bioquímicas que possam ocorrer são controladas (Kunze, 1996).

## **Aumento da coloração do mosto**

Durante a ebulição vai ocorrer um aumento da cor provocada pelo escurecimento não enzimático ou reacção de *Maillard*. Esta reacção ocorre entre os aminoácidos e os hidratos de carbono, nomeadamente, açúcares redutores (Briggs et al., 2004) e através da oxidação de polifenóis, originando as melanoidinas (Kunze, 1996). Estas conseguem reagir com o oxigénio presente no mosto, exercendo um efeito redutor (Kunze, 1996). Para além destes pigmentos, esta reacção irá produzir vários compostos voláteis, alguns deles com um limiar de *flavour* muito baixo, podendo influenciar o *flavour* da cerveja final. Os produtos resultantes das reacções de *Maillard*, em conjunto com o malte e o lúpulo, contribuem com a presença de compostos voláteis no mosto, que se não forem parcialmente removidos, levam a cervejas com características indesejáveis. Normalmente, o excesso desses compostos perdem-se por evaporação durante a ebulição do mosto (Briggs et al., 2004).

## **Diminuição do pH**

Vai ocorrer um decréscimo do pH do mosto, provocado pela formação das melanoidinas, compostos ácidos, e pelo lúpulo, que contribuí com alguma acidez. A diminuição do pH vai permitir uma melhor precipitação dos complexos proteínas/polifenóis durante a ebulição, vai reduzir o aumento da cor do mosto, a obtenção do sabor a amargo e dificultar a sobrevivência dos microrganismos, uma vez que estes são menos resistentes a pH mais baixo (Kunze, 1996).

## **Formação de substâncias redutoras**

Durante a ebulição são formadas substâncias que conseguem reagir com o oxigénio presente no mosto, exercendo efeito redutor, sendo as melanoidinas um exemplo dessas substâncias.

## **Alteração do conteúdo em DMS do mosto**

O dimetilsulfureto (DMS) é uma substância muito volátil que pode ser detectado na cerveja pelo seu cheiro e sabor indesejável. A formação do DMS e dos seus precursores ocorre durante a produção de malte e cerveja. O precursor inactivo S-metilmetionina (SMM) a partir da sua decomposição térmica, origina o DMS livre durante a ebulição e activa o precursor dimetilsulfóxido (DMSO). O DMS como é muito volátil é rapidamente perdido por evaporação, ao contrário do SMM que continua a quebrar-se durante o arrefecimento do mosto. O DMS formado nessa altura irá permanecer na cerveja. Para evitar a presença destes compostos deve-se utilizar maltes com conteúdo em SMM baixo e controlar o tempo de ebulição, de modo a garantir a decomposição da maior parte do precursor e provocar a evaporação do DMS formado (Kunze, 1996; Briggs et al., 2004).



O **zinco** possui uma enorme importância fisiológica na síntese proteica, no desenvolvimento da levedura e durante a fermentação, por isso, pode ser adicionado na ebulição para garantir que se encontra nas proporções necessárias. Se existir uma deficiência em zinco, desenvolvimento da levedura vai demorar mais tempo, a fermentação irá ser mais lenta e irá ocorrer uma redução do diacetilo incompleta (Kunze, 1996).

No fim da ebulição o mosto é transportado para o *Whirlpool*.

#### **2.2.2.5- Clarificação e arrefecimento do mosto – *Whirlpool***

No final da ebulição, o mosto contém flocos de *trub* e fragmentos suspensos de lúpulo, que devem ser removidos para garantir que o *flavour* e a estabilidade coloidal da cerveja não são comprometidos. Caso não se remova o *trub*, a levedura vai ser estimulada a sedimentar durante a fermentação e consequentemente o grau de fermentação será mais baixo (Willaert, 2007).

A separação do *trub* pode ser realizada por centrifugação, sedimentação ou técnicas de filtração. Independentemente da técnica utilizada, todas têm o mesmo objectivo, separar partículas com densidades ou dimensões diferentes (Willaert, 2007). O *Whirlpool*, tanque de sedimentação, é normalmente utilizado quando se usa extracto de lúpulo. No fim da clarificação obtém-se um mosto limpo e lúpulado, que deve ser arrefecido rapidamente, através de permutadores de placas, para evitar contaminações (Briggs et al., 2004).

No fim da brassagem vamos obter um mosto rico em substâncias fermentescíveis e pronto para ser submetido à etapa de fermentação.

#### **2.2.3- Fermentação**

Nesta etapa os açúcares fermentescíveis do mosto são convertidos em etanol e dióxido de carbono (Eßlinger & Narziß, 2012). A fase de fermentação divide-se em duas fases: a fase aeróbia, na qual a levedura se vai multiplicar e a fase anaeróbia, onde vai ocorrer a conversão dos açúcares em etanol e dióxido de carbono. O processo é iniciado pela inoculação (*pitching*), em que ocorre a saturação do mosto com ar (oxigenação) e a levedura seleccionada é adicionada. Durante a fermentação, os nutrientes vão ser consumidos, ocorrendo a formação de etanol, dióxido de carbono e outros metabolitos. Os metabolitos formados durante esta etapa vão contribuir para o *flavour* e aroma da cerveja final (Briggs et al., 2004). Durante a fermentação ocorre uma diminuição do pH, levando à precipitação de composto de azoto de elevado peso molecular, polifenóis e agentes responsáveis pelo amargor. A cor da cerveja fica mais clara, o extracto e o efeito do amargor diminuem (Eßlinger & Narziß, 2012). O dióxido de carbono produzido durante a fermentação é retirado e armazenado para ser injectado numa fase mais avançada da produção de cerveja.

No final da fermentação é necessário separar a levedura da cerveja verde. Por vezes a levedura é reutilizada noutras fermentações e quando deixa de ser reutilizada é distribuída a destiladores, indústrias de produção de extracto de levedura (Briggs et al., 2004) e para ração animal.

#### **2.2.4- Maturação**

Após a fermentação, a cerveja verde é mantida durante um determinado período de tempo em maturação/guarda. Durante este período, o *flavour* e o aroma da cerveja são melhorados e são eliminadas as substâncias indesejáveis provenientes da fermentação. Depois da maturação a cerveja está estável (Briggs et al., 2004).

#### **2.2.5- Filtração**

Depois de estável, a cerveja deve ser filtrada para remover a levedura residual e as restantes partículas em suspensão, de modo a clarificar a cerveja, tornando-a mais brilhante. Esta é a última fase de produção de cerveja antes do enchimento (Briggs et al., 2004).

Esta etapa divide-se em três estágios: pré-filtração/clarificação, filtração e acerto de água. Depois de filtrada a cerveja é armazenada em tanques até ser embalada. Antes de ser enviada para o enchimento ajusta-se o valor de dióxido de carbono através da injeção do mesmo produzido durante a fase de fermentação, de acordo com o tipo de cerveja que se deseja produzir.

#### **2.2.6- Enchimento**

Esta é a última etapa de todo o processo. A cerveja pode ser engarrafada em latas, garrafas ou barris. Para finalizar a produção de cerveja e garantir a sua estabilidade sensorial e microbiológica, esta sofre uma pasteurização. A pasteurização pode ocorrer depois de a cerveja ser engarrafada num túnel de pasteurização ou antes de ser engarrafada, pasteurização *flash* (Briggs et al., 2004).

## II - Desenvolvimento experimental

### 1- Objectivo do trabalho

O presente trabalho tem como objectivo validar a optimização do processo de produção de mosto, obtendo mostos mais concentrados, reduzindo os custos operacionais – perdas de extracto, energia e mão-de-obra – e melhorando o controlo sobre a taxa de evaporação nas caldeiras. Esta optimização resulta na extinção de uma das salas de fabrico (sala 3), passando de três para duas salas (sala 1 e 2), aumentando a capacidade de fabrico, em volume, dessas duas salas e introduzindo equipamentos novos, permitindo obter mostos mais concentrados e diminuir os consumos de água e de energia, sem comprometer a qualidade e as características do mosto.

Face ao objectivo de produzir mostos mais concentrados, foi necessário aumentar a capacidade de fabricos das duas salas (sala 1 e 2), de modo a produzir o mesmo volume de mosto, do que era produzido quando se utilizavam as três salas. Foram adquiridos novos equipamentos que permitissem produzir mostos com as especificações pretendidas, nomeadamente um filtro de placas (*mashfilter* Meura - 65 placas) e um *Gis* tanque, tanque de amostragem agrupado ao filtro, para a sala 1, um tanque trub, caldeiras, caldas e empastagem, com maior capacidade para a sala 2, e foi realizada uma extensão do filtro de placas actual (*mashfilter* Meura - 64 placas) da sala 2 e *Gis* tanque. Para além das alterações enumeradas anteriormente, os moinhos de rolos da sala 1 e da cevada foram substituídos por moinhos de martelos, pois os filtros de placas utilizados, requerem uma moenda mais fina, não sendo necessário manter a casca intacta. Com esta actualização passaram a existir duas linhas de produção de mosto totalmente separadas até a linha de arrefecimento de mosto. Para além destas alterações, foi implementada automação para todos os processos em cervejaria.

Devido às alterações acima descritas, foi realizado um estudo com o intuito de monitorizar o funcionamento dos novos equipamentos, em especial o filtro (*mashfilter*), garantindo o cumprimento dos parâmetros definido pela Heineken para os mesmos. O projecto de optimização foi realizado para a cerveja Sagres Branca, com extracto 16,7°P. Durante este acompanhamento, foram analisados em laboratório amostras de empaste, mosto, dreche e águas da *Clean-In-Place*.

Este estudo consistiu na análise dos parâmetros necessários à validação da sala de brassagem (SAT) – turvação, resíduos e sedimentos do mosto, matéria seca da dreche, extracto solúvel na dreche seca, causticidade da solução de soda da Clean-In-Place (CIP) dos filtros e das caldeiras; de parâmetros que influenciam o funcionamento dos filtros – pH do empaste, sacarificação do empaste, do mosto e da dreche; e de outros parâmetros que apesar de não serem importantes para o SAT devem ser controlados – extracto últimas água, extracto convertido e extracto total na dreche seca, causticidade da solução de soda da CIP da linha de arrefecimento de mosto e esterilidade do mosto.

## **2- Caracterização do alvo de estudo**

### **2.1- Caracterização do tipo de cerveja**

O processo de optimização foi realizado para a produção de Sagres Branca com extracto 16,7°P, extracto mais concentrado do que era produzido antes da alteração.

A Sagres Branca é uma cerveja produzida a partir de água, malte, cereais não maltados e extracto de lúpulo (SCC).

A empastagem é feita por decocção simples, utilizando-se duas caldeiras – caldas e empastagem. Na caldeira das caldas ocorre a decocção de parte do empaste, constituído por uma mistura de água e cereais não maltados (adjuntos). Os adjuntos têm que ser sujeitos a temperaturas mais elevadas, pois a temperatura de gelatinização do amido dos cereais não maltados é mais elevada que a do malte, sendo necessário garantir a degradação do amido. Após sofrer a decocção, o empaste é bombeado para a caldeira de empastagem onde vai provocar o aumento de temperatura do restante material – mistura de água e malte. No seu fabrico não são adicionados aditivos ou conservantes.

A Sagres Branca é uma cerveja “*lager*”, em que a fermentação é realizada por levedura de fermentação baixa, que sedimentam no fundo no final da fermentação (Paquete, 2007). É uma cerveja mediantemente encorpada, de cor dourada, carácter seco e um travo amargo agradável (SCC).

### **2.2- Caracterização das instalações da brassagem**

O projecto foi realizado entre Janeiro e Julho de 2013 na Sociedade Central de Cervejas, na sala de brassagem. Para melhor entender o funcionamento da produção de mosto, foi realizada uma visita à secção. A produção de mosto é actualmente realizada em duas salas. Cada sala possui uma caldeira das caldas, uma caldeira de empastagem, um filtro, um tanque tampão e uma caldeira de ebulição. Para além da sala de brassagem, a instalação contém os silos de cevada, grits de milho e malte, matérias-primas do fabrico, moinhos, um *mechamasher*, dois *whirlpools* e a zona de frio onde são armazenados as enzimas e os sais.

Na fig. 6 é apresentado o diagrama de brassagem com os equipamentos utilizados.

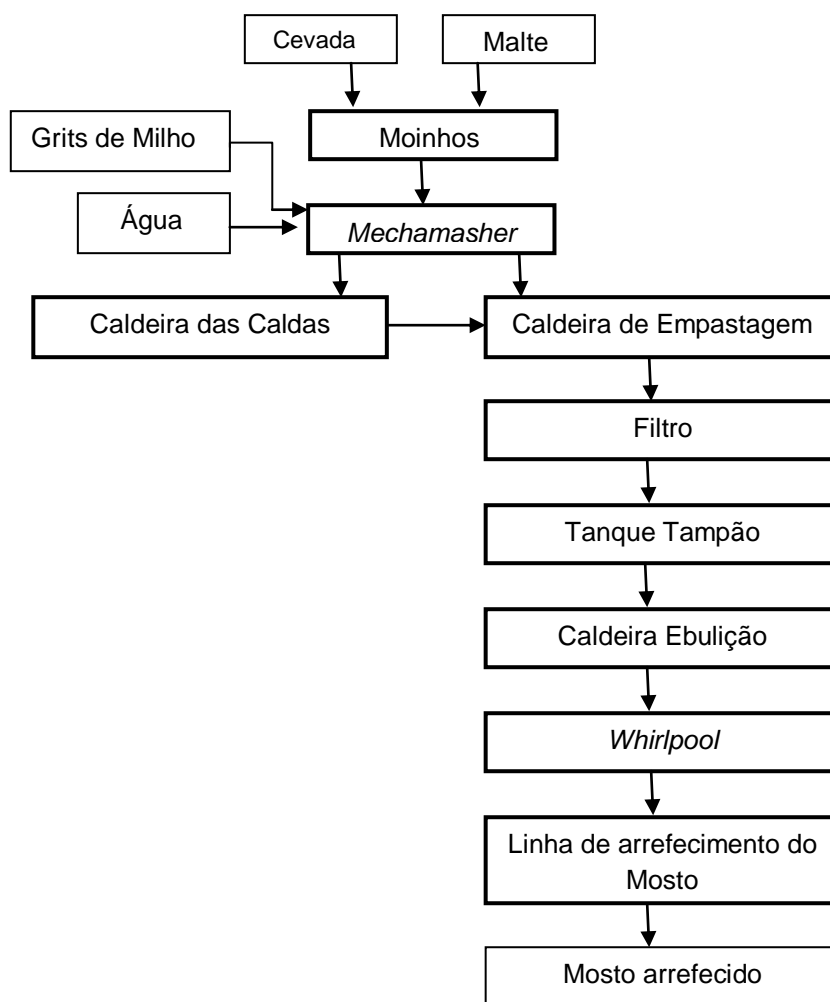


Fig.6: Diagrama de brassagem – Equipamentos.

Para iniciar a produção de mosto é necessário moer os cereais não maltados e o malte. De seguida, as matérias-primas são misturadas juntamente com a água no *mechamasher* e enviadas, respectivamente, para a caldeira das caldas e para a caldeira de empastagem. Na caldeira das caldas ocorre a mistura dos adjuntos com a água e na caldeira da empastagem ocorre a mistura do malte com água. Mais tarde, de acordo com o diagrama (Fig. 6), o material preparado na caldeira das caldas será enviado para a caldeira de empastagem, onde se irá misturar com o resto do empaste. Posteriormente o empaste é enviado para o filtro onde vai ocorrer a separação entre o mosto (parte líquida) e a dreche (parte sólida). O mosto segue para o tanque tampão onde fica armazenado até atingir o volume filtrado estipulado e a dreche é descarregada e vendida para ração animal. Assim que se atinge um determinado volume e que a caldeira de ebulição esteja vazia, inicia-se a transferência do mosto para a caldeira. Quando atinge a temperatura de ebulição é adicionado o lúpulo. Esta etapa dura cerca de uma hora. Após a fervura o mosto segue para o *Whirlpool*, onde vai ser clarificado e posteriormente arrefecido.



Fig 7: Caldeira das caldas



Fig 8: Caldeira empastagem



Fig 9: *MashFilter Meura 2001*



Fig 10: Caldeira de Ebulição

### 2.3- Funcionamento do filtro

O principal equipamento estudado foi o *mashfilter*. Este filtro é um filtro de placas que utiliza placas de filtração híbridas, ou seja, cada lado das placas é revestido por uma membrana e por um pano, respectivamente. A membrana permite uma compressão do bolo mais homogênea e uma maior extracção do extracto. Este filtro caracteriza-se por apresentar um sistema hidráulico melhorado, que conduz a uma melhor distribuição do fluido, factor importante a ter em consideração, uma vez que estamos perante densidades de mosto elevadas; uma purga de ar e contra pressão permitindo reduzir a oxidação do mosto e obter um produto final de melhor qualidade; remoção da dreche quase automática e limitação das drenagens ao mínimo permitindo reduzir os efluentes ao máximo. (Meura, 2012)

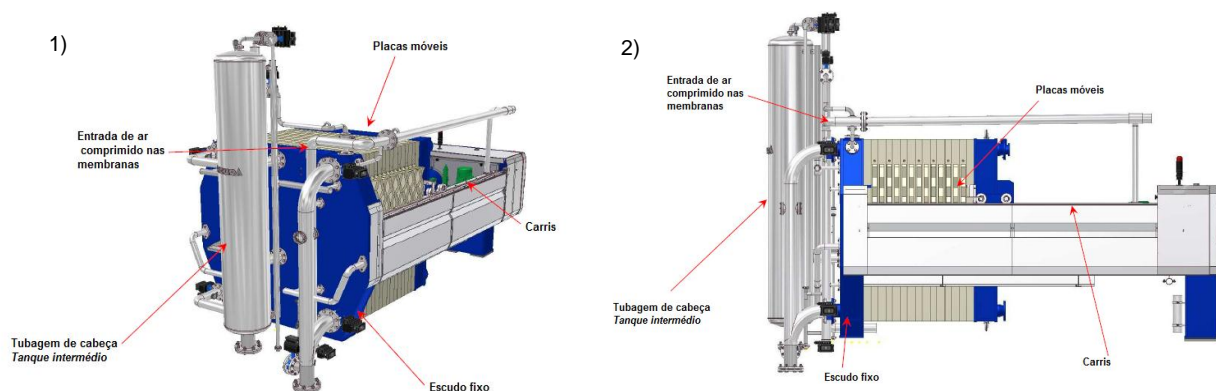


Fig 11: *Mashfilter Meura 2001*: 1) vista frontal; 2) vista lateral (fonte: Meura, 2012)

Segundo o fabricante (Meura,2012), a utilização do filtro híbrido é vantajosa, uma vez que permite:

- Produzir mosto limpo com conteúdo em ácidos gordos baixo;
- Obter uma maior quantidade de produto final;
- Adquirir uma óptima recuperação do primeiro mosto através de pré compressão do bolo antes da lavagem;
- Alcançar uma elevada produtividade – até 12 fabricos por dia, completamente automáticos;
- Produzir dreche com um teor de humidade menor;
- Conseguir um rendimento em extracto elevado;
- Reduzir o volume de água (fabricos com densidades mais altas);
- Reduzir as perdas por descarga,
- Simplificar a moenda
- Flexibilidade na carga de malte – 80% a 110% do nominal de capacidade equivalente ao malte (quantidade e qualidade).

Este filtro possui uma grande superfície de filtração por unidade de massa de carga do malte, utiliza material com moagem fina, filtra a elevadas pressões com uma camada fina e homogênea, permite a homogeneização do bolo por pré-compressão, a distribuição uniforme da água de lavagem e exerce pressão pneumática na dreche (Meura, 2012).

A filtração rege-se pela lei fundamental de Darcy que descreve o fluxo de um fluido através do meio poroso.

Lei de Darcy:

$$Q = \frac{\Delta V}{\Delta t} = \frac{P \times A}{\mu \times Rf}$$

Em que:

$Q \rightarrow$  caudal ( $\text{m}^3/\text{s}$ )

$\Delta V \rightarrow$  variação volume permeado ( $\text{m}^3$ )

$\Delta t \rightarrow$  variação do tempo (s)

$P \rightarrow$  pressão aplicada durante a filtração ( $\text{N}/\text{m}^2$ )

$A \rightarrow$  Superfície de filtração ( $\text{m}^2$ )

$\mu \rightarrow$  Viscosidade dinâmica ( $\text{Ns}/\text{m}^2$ )

$Rf \rightarrow$  Factor de resistência do filtro (1/m)

A selectividade da filtração vai ser influenciada pela viscosidade do mosto, o desgaste dos quadros de filtração, pela espessura do bolo e pela permeabilidade. De acordo com a lei de Darcy, a pressão não só aumenta o fluxo, como também aumenta o factor de resistência. Assim o aumento de pressão não vai automaticamente melhorar a eficiência, pelo contrário, pode até piorá-la (Meura, 2012).

A viscosidade e a permeabilidade são influenciadas pelas características da matéria-prima, pela densidade do primeiro mosto, pelo diagrama de brassagem e consequentemente pelo grau de sacarificação do empaste. Para além destes factores, a permeabilidade também é influenciada pelo *trub*, pela viscosidade e pela moenda (Meura, 2012).

Assim, de modo a obter o máximo de eficiência do filtro deve-se utilizar malte de granulometria fina e correctamente modificado, o tempo de empastagem não deve ser superior a 140 minutos sem adição de enzimas, para que se consiga obter uma boa sacarificação, o pH recomendado para a filtração é 5.6, a oxidação deve ser mínima, deve existir agitação, a temperatura de envio da caldeira da empastagem para o filtro é  $78^\circ\text{C}$ , devido à viscosidade e a concentração do mosto denso deve estar entre  $21\text{-}24^\circ\text{P}$  para se obter um rendimento óptimo (Meura, 2012).

A etapa de filtração ocorre em onze passos representados na fig. 12: enchimento (a), filtração (b), entrada de água (*flushing*) (c), pré-compressão (d), lavagem (*sparging*) (e), compressão (f), enxaguamento da entrada de mosto (g), esvaziamento e drenagem (h), descompressão (i) e descarga da dreche (j) (Meura, 2012).



Antes de se iniciar o processo, é necessário verificar as condições iniciais do filtro. Após a descarga da dreche, as placas fecham-se automaticamente. Depois de reunidas as condições, inicia-se o enchimento do filtro pelo fundo (sem contra pressão), operação que demora entre 4 a 6 minutos. Após o enchimento inicia-se a filtração. Esta é realizada a uma velocidade fixa e com uma duração entre 15 a 20 minutos. Durante esta fase, a dreche vai formar lençóis de filtração e a pressão vai aumentar com a espessura do bolo. A entrada do mosto pode ser feita pelo fundo ou pelo topo do filtro, dependendo da taxa de fluxo. Finalizada a filtração dá-se o *flushing*. O mosto existente na tubagem é impelido a uma velocidade fixa no filtro utilizando-se água a 78°C. Esta etapa apesar de ser facultativa, é importante pois permite eliminar a possibilidade de formação de sedimentos nas tubagens. Em seguida ocorre a pré-compressão. As membranas são insufladas com ar comprimido, exercendo uma determinada pressão no bolo, tornando possível recuperar mosto denso. Após a pré-compressão, inicia-se a lavagem (*sparging*). A água entra por baixo, através da bomba de mistura, distribuindo-se uniformemente sobre o bolo. A primeira água entra nas membranas e substitui o ar comprimido que é libertado gradualmente. A taxa de fluxo de entrada é maior que a taxa de fluxo de saída. Deve-se ter cuidado para manter a pressão na entrada e saída de modo a evitar queda de dreche. A segunda água entra pela tubagem de baixo e a terceira água entra pela tubagem de cima. No fim da lavagem ocorre a compressão. Nesta etapa a membrana comprime o bolo de dreche de modo a eliminar o volume de água existente entre a membrana e o bolo. À medida que o tempo de compressão aumenta, a pressão também aumenta, possibilitando a extracção da restante água presente na dreche, até se iniciar o esvaziamento da tubagem através da linha de saída do mosto. Segue-se o enxaguamento da entrada de mosto, onde os canos de entrada do mosto e desaeração são lavados através da abertura do circuito de lavagem; o esvaziamento e a drenagem. A fase seguinte é a descompressão, onde o ar presente dentro das membranas é libertado e o filtro é completamente esvaziado. Por fim ocorre a descarga da dreche. As unidades hidráulicas abrem, permitindo a abertura do filtro. As placas abrem uma por uma, permitindo a descarga da dreche. Após a descarga, as unidades hidráulicas fecham o filtro, e este fica pronto para um novo ciclo (Meura, 2012).

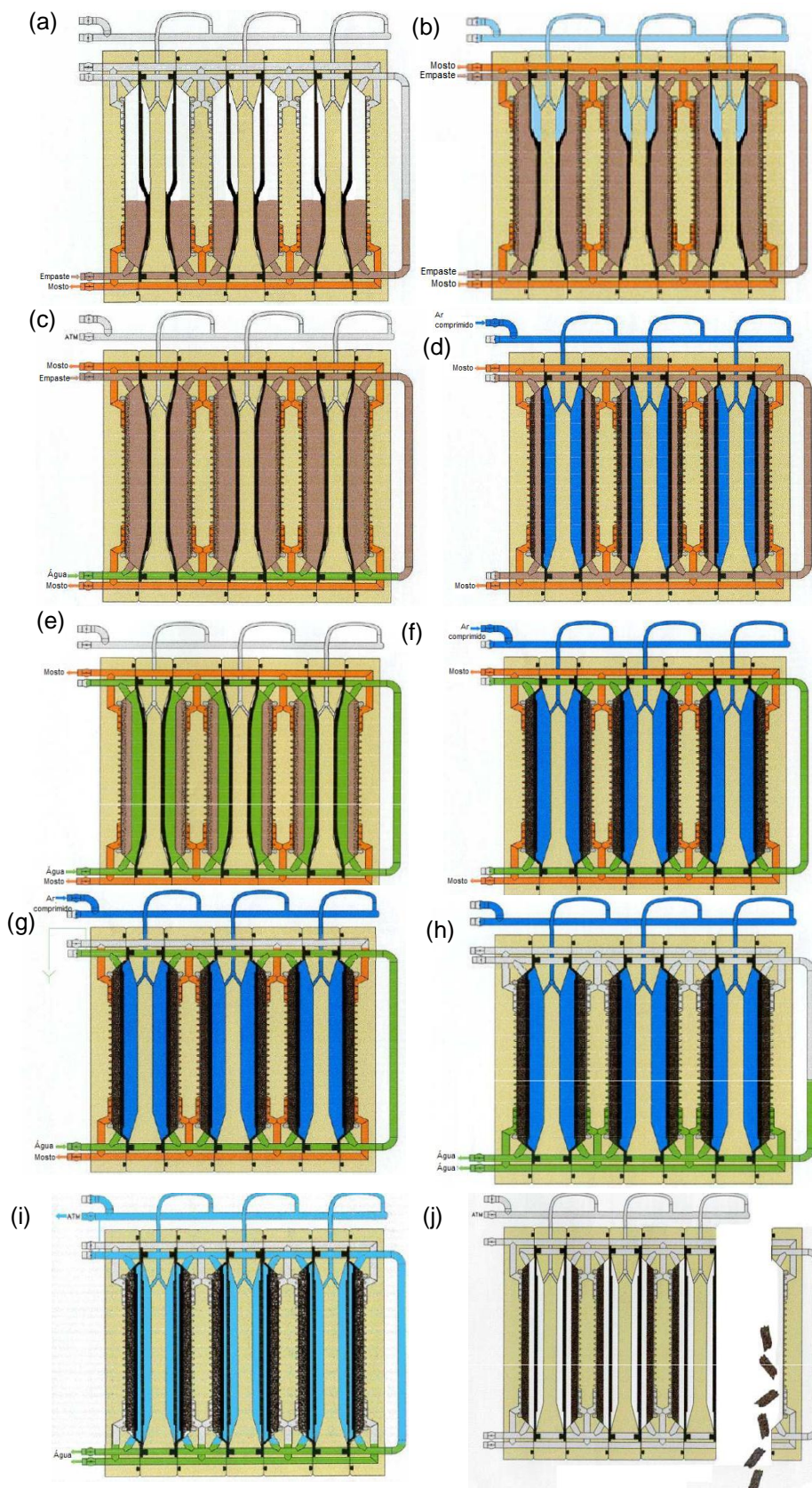


Fig 12.: Funcionamento do filtro: enchimento (a), filtração (b), entrada de água (*flushing*) (c), pré-compressão (d), lavagem (*sparging*) (e), compressão (f), enxaguamento da entrada de mosto (g), esvaziamento e drenagem (h), descompressão (i) e descarga da dreche (j) (Fonte: Meura, 2012).

## 2.4- Justificação dos parâmetros analisados e respectivos limites

Ao longo do estudo foram analisados três tipos de parâmetros: os que contribuíram para validar a nova sala de brassagem, os que interferiam no funcionamento dos filtros e os que apesar de não possuírem influência directa na validação da sala de brassagem devem ser monitorizados de forma a garantir que não existe comprometimento da qualidade do produto final.

A validação da nova sala de brassagem está dependente da análise dos seguintes parâmetros: turvação do mosto durante 85% do tempo de filtração, incluindo últimas águas; turvação do mosto filtrado 5 minutos após o filtro estar cheio; resíduos totais do mosto a 85°C na caldeira de ebulição; sedimento do mosto no início da ebulição; conteúdo em matéria seca da dreche, extracto solúvel na dreche seca e causticidade da solução da *Clean-In-Place* (CIP) dos filtros e das caldeiras, uma vez que estes são fundamentais para verificar o desempenho do filtro e garantir que o mosto filtrado se encontra dentro das especificações definidas pela Heineken, para que se possa validar o filtro.

A análise da turvação do mosto, durante 85% da filtração incluindo últimas águas e aos 5 minutos de filtração após o enchimento do filtro, dos resíduos no mosto e dos sedimentos no mosto foi realizada para verificar a eficiência do filtro uma vez que, quanto maior a turvação, maior a presença de resíduos e de sedimento e menor a eficiência da filtração. Numa filtração pouco eficiente, as partículas responsáveis pela turvação, resíduos e sedimentos, nomeadamente os compostos ricos em lípidos, não estão a ficar retidas na sua totalidade. A turvação do mosto, não só permite verificar a eficiência da filtração como é um factor muito importante na qualidade da cerveja. Um mosto mais turvo pode dever-se a uma filtração mais rápida, permitindo melhorar a produtividade da produção do mosto. No entanto, um mosto mais turvo reduz a eficácia da separação do trub no *whirlpool*, levando a uma perda de extracto maior. (Renger, 2008)

A análise da dreche permite perceber se a moagem, a empastagem e a filtração foram eficientes. Na dreche não devem existir grãos integrais e as cascas devem estar intactas. Examinar a dreche permite verificar quanto extracto ainda está presente nesta. (Kunze, 1996; Briggs, 1981) Através da análise da matéria seca é possível perceber se existe muita perda de água na dreche – se a matéria seca tiver valores baixos, significa que os valores de humidade na dreche são elevados. O extracto solúvel corresponde ao extracto que foi convertido durante a empastagem mas que não foi lixiviado para o mosto. (Kunze, 1996)

Os níveis de causticidade da CIP das caldeiras e dos filtros foram analisados, uma vez que se alterou todo o processo de CIP, e é importante garantir a integridade e qualidade do produto final e garantir que as soluções utilizadas estão nas concentrações correctas. É importante garantir que tudo está bem higienizado e neutralizado.

Além dos parâmetros anteriores foram estudados, sempre que requerido pelos responsáveis do projecto, a sacarificação do mosto, empaste e dreche, a viscosidade do mosto, e o pH nas caldeiras. A análise destes parâmetros teve como objectivo compreender a diferença dos tempos de filtração entre as duas salas, garantindo a qualidade do mosto. Os parâmetros analisados foram a

sacarificação da empastagem, do mosto e da dreche, análise do pH nas caldeiras e análise da viscosidade do mosto.

A sacarificação é um dos parâmetros que contribui para a viscosidade. Se o empaste não estiver bem sacarificado, a sua viscosidade vai ser mais elevada, levando a tempos de filtração mais elevados. Além disso, se o empaste não estiver sacarificado e se existir vestígios de amido não sacarificado na dreche significa que ocorre perda de extracto.

O pH nas caldeiras foi determinado por ser importante garantir que este se encontra próximo do valor óptimo de actuação das enzimas presentes, tanto nas caldas como na empastagem. Além disso o pH é um dos parâmetros determinantes para uma boa filtração, pois irá garantir uma boa sacarificação do empaste.

A viscosidade foi analisada por ser um dos parâmetros determinante na eficácia do filtro e por influenciar o tempo de filtração. O tempo de filtração é um dos factores importantes para a validação da sala, uma vez que se o tempo de fabrico for muito longo não é possível concretizar os 12 fabricos por dia, estipulados pela marca.

Foram também analisados outros parâmetros como o extracto das últimas águas, extracto solúvel na dreche seca, causticidade da solução da CIP da linha de arrefecimento do mosto e esterilização do mosto arrefecido, com o objectivo de proceder à sua monitorização.

O extracto das últimas águas, apesar de não ser nem um parâmetro de validação, nem de influência do funcionamento do equipamento deve ser avaliado pois permite analisar a eficiência do filtro. Se o extracto for muito superior a 1ºP, existe perda de extracto na filtração. Por outro lado, se o extracto for inferior a 1ºP, significa que foram extraídos composto indesejados para o mosto comprometendo a qualidade sensorial do mosto

O extracto total da dreche é composto pelo extracto solúvel mais o extracto convertido. O extracto solúvel já foi explicado anteriormente. O extracto convertido diz respeito às substâncias que não foram degradadas no processo de empastagem mas que ainda podem ser degradadas. Estes dois extractos representam uma perda de extracto no mosto e contribuem para a quebra de extracto na brassagem. (Kunze, 1996)

A análise da solução da CIP da linha do arrefecimento do mosto e do mosto depois de esterilizado é importante, uma vez que permite garantir que não existe contaminação do mosto após a CIP, ou seja, que a linha de arrefecimento do mosto foi correctamente higienizada. É necessário garantir a esterilização do mosto arrefecido, obtida ebulição do mosto, para que não exista presença de flora competitiva que prejudique a actividade da levedura e para evitar a formação de metabolitos secundários que modifiquem as características organolépticas da cerveja final.

Nas tabelas 1,2 e 3 estão identificados os limites definidos para cada parâmetro analisado e as respectivas unidades. A viscosidade não possui valor limite por isso não consta nas seguintes tabelas.

Tabela 1: limites dos parâmetros analisados para a validação das salas de brassagem.

Parâmetro a avaliar	Limites impostos pela Heineken	Unidades
Turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas	< 15	EBC
Turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio	< 40	EBC
Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura	< 80	mg/l
Sedimento recolhido no início de fervura	< 5	MI
Matéria seca da dreche	> 25	%
Extracto solúvel na dreche seca	< 3	%
Causticidade da CIP Caldeiras	2-3	%
Causticidade da CIP filtros	2-3	%

Tabela 2: Limite dos parâmetros que afectam o funcionamento do filtro

Parâmetro a avaliar	Limites definidos pela Heineken	Unidades
Sacarificação da dreche: Teste de iodo	Sim	sim/não
Sacarificação: Teste de Iodo	Sim	sim/não
Sacarificação: Método espectrofotométrico	< 0,1	
Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira das caldas	5,5-5,7	
Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira de empastagem	5,5-5,7	

Tabela 3: Limite dos restantes parâmetros

Parâmetro a avaliar	Limites definidos pela Heineken	Unidades
Causticidade da CIP Linha de arrefecimento do Mosto	2-3	%
Esterilidade do mosto	Sim	sim/não
Extracto das últimas águas	≥ 1,0	°P
Extracto convertido na dreche seca	<3	%
Extracto total na dreche seca	<6	%

### **3- Materiais e Métodos**

#### **3.1- Materiais**

Os materiais analisados foram: o empaste, o mosto, a dreche e a solução da CIP. O empaste é a mistura do malte, água e adjuntos. O mosto é a fracção aquosa, rica em açúcares, obtida após a filtração. A dreche é a fracção de sólidos residuais, constituída por substâncias insolúveis, parte não degradada do malte, e que é utilizado como cama filtrante, para que o mosto possa ser filtrado através dela. (Mussatto, 2004) A composição química da dreche vai depender da variedade da cevada utilizada, do grau de maturação, do programa de maltagem e de empastagem, da qualidade e do tipo de adjuntos adicionados na etapa de brassagem. (Mussatto, 2004; Aliyu, 2010) A CIP – Clean-in-place, é um sistema de limpeza que permite efectuar uma limpeza rápida de interiores, mantendo um nível de higiene bastante elevado.

#### **3.2- Métodos**

##### **3.2.1 – Delineamento experimental**

As amostras de empaste, mosto, dreche e CIP foram sujeitas a diferentes tipos de análises de acordo com os parâmetros que se pretende avaliar. A amostragem foi realizada nas quantidades e locais referido na tabela 5, e o delineamento do período de amostragem encontra-se referido na tabela 6.

O delineamento do período de recolha de amostras, a quantidade e o local de amostragem foram definidos pela Heineken.

Tabela 4: Delineamento da quantidade e local de recolha de cada uma das amostras

Parâmetro a avaliar	Equipamento a validar	Nº de amostras	Local de amostragem	Quantidade de amostra
Viscosidade	-		Filtro	100 ml
Turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas	Filtro	3 por sala	Filtro	1 litro
Turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio	Filtro	3 por sala	Filtro	1 litro
Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura	Filtro	3 por sala	Caldeira de Ebulição	1 litro
Sedimento recolhido no início de fervura	Filtro	3 por sala	Caldeira de Ebulição	4 litros
Matéria seca da dreche	Filtro	3 por sala	Filtro	5 Kg
Extracto solúvel na dreche seca	Filtro	3 por sala	Filtro	
Extracto convertido na dreche seca	-	3 por sala	Filtro	
Extracto total na dreche seca	-	3 por sala	Filtro	
Sacarificação da dreche	-		Filtro	
Extracto das últimas águas	-	3 por sala	Filtro	100 ml
Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira das caldas	-	3 por sala	Caldeira de Empastagem	100 ml
Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira de empastagem	-	3 por sala	Caldeira das Caldas	100 ml
Sacarificação do empaste	-	3 por sala	Caldeira de Empastagem	100 ml
Sacarificação do mosto	-		Filtro	100 ml
Causticidade da CIP Caldeiras	CIP caldeiras	Todas as Limpezas	Tanque de Soda	1 litro
Causticidade da CIP filtros	CIP filtro	Todas as Limpezas	Tanque de Soda	1 litro
Causticidade da CIP Linha de arrefecimento do Mosto	-	Todas as Limpezas	Tanque de Soda	1 litro
Esterilidade do mosto	-	Após cada limpeza	Tubagem de arrefecimento do mosto	5 ml
<b>Código de cores</b>				
	Parâmetros necessários à validação do Equipamento – SAT			
	Parâmetros que interferem no funcionamento do filtro			
	Outros parâmetros			



Tabela 5: Delineamento do período de amostragem

Parâmetro a avaliar	1º Mês									2º Mês	3º Mês	Pré-SAT	SAT
	1ª Semana					2ª Semana	3ª Semana	4ª Semana	5ª Semana				
	Dia 1	Dia 2	Dia 3	Dia 4	Dia 5								
Turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas							X		X	X	X	X	X
Turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio				X		X			X	X	X	X	X
Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura				X	X	X			X	X	X	X	X
Sedimento recolhido no início de fervura				X	X	X			X	X	X	X	X
Matéria seca da dreche		X			X	X		X	X	X	X	X	X
Extracto solúvel na dreche seca		X			X	X		X	X	X	X	X	X
Extracto convertido na dreche seca		X			X	X		X	X	X	X		X
Extracto total na dreche seca		X			X	X		X	X	X	X		X
Extracto das últimas águas	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X		X
Medição do pH10 minutos após o envio do empaste para a caldeira das caldas	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X		X
Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira de empastagem	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X		X
Sacarificação	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X		X
Causticidade da CIP Caldeiras					X		X		X		X	X	X
Causticidade da CIP filtros					X		X		X		X	X	X
Causticidade da CIP Linha de arrefecimento do Mosto					X		X		X		X		X
Esterilidade do Mosto					X		X		X		X		X
Código de cores													
	Parâmetros necessários à validação do Equipamento – SAT												
	Parâmetros que interferem no funcionamento do filtro												
	Outros parâmetros												

O pré-SAT foi a última série de análises realizadas antes do término do estágio. O SAT- análises finais para validação da sala - não foi realizado durante o período de estágio contrariamente ao que estava planeado inicialmente.



### 3.2.2- Análises realizadas aos materiais e respectivos métodos analíticos

Na tabela 7 são apresentados os parâmetros analisados em cada um dos materiais e os respectivos métodos analíticos.

Tabela 6: Parâmetros analisados em cada uma das matérias-primas e respectivos métodos analíticos

Materials	Parâmetro analisado	Equipamento	Método
Empaste	pH	Caldeira das caldas e empastagem	HMESC : 02.12.01.008
	Sacarificação	Caldeira de empastagem	Teste do lodo: HMESC : 02.12.01.017
			Método Espectofotométrico: Brewing Process- Wort HMESC:02,12,01,017
Mosto	Viscosidade	Filtro	Análítica EBC
	Sacarificação		Método Espectofotométrico: Brewing Process- Wort HMESC:02,12,01,017
	Extracto das últimas águas		Brewing Process - Wort Specific Gravity (and Extract) by Density Meter (EBC Method) - HMESC : 02.12.01.002
	Turvação do mosto durante 85% da filtração e mosto 5 minutos após o filtro estar cheio		Determination of Unfilterable Turbidity of Wort and Fermentig Beer
	Resíduos totais da amostra retirados aos 85°C caldeira de ebulição	Caldeira de Ebulição	Brewing Process: Wort - Residue : Gravimetric Method HMES:02.12.01.012
	Sedimento início de fervura	Caldeira de Ebulição	
	Esterilidade do mosto	Linha de mosto arrefecido	HMESC: 02.15.06.004
Dreche	Matéria seca na dreche	Filtro	Brewing Process: Co-Produts Spent Grains: Moisture Content HMES:02.12.05.001
	Extracto solúvel na dreche seca		Brewing Process: Co-Produts Spent Grains: Soluble Extract HMES:02.12.05.003
	Extracto convertido na dreche seca		
	Extracto total na dreche seca		Brewing Process: Co-Produts Spent Grains: Total Available Extract (AB Method) HMES:02.12.05.002
	Sacarificação da dreche		Teste do lodo: HMESC : 02.12.01.017
CIP	Causticidade	CIP caldeiras e filtros	Cleaning & Desinfection Agents: Caustic Soda Carbinat - and Sodium Hydroxide Content HMESC: 02.14.01.002
	Causticidade	CIP Linha de arrefecimento do mosto	
Código de cores			
	Parâmetros necessários à validação do Equipamento – SAT		
	Parâmetros que interferem no funcionamento do filtro		
	Outros parâmetros		

### 3.2.2.1- Empaste

#### - pH

O pH foi medido pelo método potenciométrico (Crison GLP21pH) a 20°C. A calibração do equipamento é realizada diariamente.

#### - Sacarificação – Teste iodo

Este teste é realizado para verificar se o empaste está sacarificado, ou seja, se o amido presente no empaste se encontra totalmente convertido em açúcares simples, uma vez que o iodo reage na presença de amido. Coloca-se a amostra de empaste em contacto com algumas gotas de solução de iodo 0,01N, numa placa branca. Na presença de amido existe mudança de cor da amostra para roxo/azulado, por outro lado, num empaste correctamente sacarificado há mudança de coloração para alaranjado. A análise é realizada em duplicado.

#### - Sacarificação – Método Espectrofotométrico

A determinação do grau de sacarificação foi efectuada utilizando um espectrofotómetro (Shimadzu UV161003). Para preparar a amostra foram adicionados 40 ml de etanol a 10 ml de mosto em tubos de centrífuga. Após centrifugar a amostra, o etanol sobrenadante foi desprezado e foram adicionados 5 ml de água aos resíduos de mosto e voltou-se a centrifugar.

Depois de finalizada a preparação da amostra, realizou-se a leitura a 578nm contra uma cuvete de água destilada, da amostra de mosto tratada (2,5 ml) e da amostra tratada (2,5 ml) à qual foram adicionados 0,5 ml de solução iodo 0,02N. Como branco foi utilizado água e solução de iodo.

A partir da absorvância lida, foi calculado o grau de sacarificação  $\Delta A$ :

$$\Delta A = AH - AJ - 0.833 \times AZ$$

Em que:

0.833 = Factor de correcção para a alteração de volume (2.5 ml → 3.0 ml)

AH = Amostra de mosto tratado mais solução de iodo

AJ = Solução de iodo e água (Branco)

AZ = Amostra de mosto tratado

Este método é utilizado para verificar a sacarificação no empaste e no mosto, sendo realizado em duplicado.

### 3.2.2.2- Mosto

#### - Viscosidade

Para analisar a viscosidade, foram recolhidas amostras de mosto no filtro, no início de filtração. A amostra foi filtrada em filtro de papel e em seguida foi utilizado o método da queda de bola, com recurso a um viscosímetro de Hoppler. A medição da viscosidade foi efectuada a uma temperatura constante de 20°C. A análise é realizada em duplicado. A viscosidade é expressa em mPa.s e é calculada a partir da seguinte equação:

$$\mu = K(r_1 - r_2) \times t$$

Em que:

K = constante da bola, retirada da calibração do equipamento, em mPa.s/g.s

r1 = densidade da bola, g/cm<sup>3</sup>

r2 = densidade da amostra a 20°C, em g/cm<sup>3</sup>

t = tempo de queda da bola (pertencente ao equipamento), em segundos

#### - Turvação

A amostra para avaliação da turvação foi recolhida em fases diferentes da filtração. Uma das amostras foi recolhida aos cinco minutos de filtração e a outra foi recolhida de 10 em 10 minutos, desde o início da filtração, até atingir 85% do tempo de filtração, de modo a conter mosto denso e últimas águas.

Esta análise tem como objectivo determinar o grau de turvação do mosto utilizando um aparelho de medição de turvação calibrado com soluções padrão. Para isso, são retiradas as partículas (trub) do mosto através de filtração com Kieselguhr e filtração por membranas. O mosto limpo obtido é depois medido no aparelho, e obtém-se o grau de turvação em EBC. A leitura é realizada em duplicado.

#### - Resíduos

A determinação dos resíduos é feita através do método gravimétrico. Os 250 ml de amostras foram filtrados através de 2 filtros previamente secos e pesados, como ilustrado na fig.13. A análise deve ser feita em duplicado. Os filtros com os resíduos são secos (24h na estufa a 105°C) e pesados. O conteúdo em resíduo da amostra é calculado a partir do aumento de peso depois dos filtros secos. A análise é realizada em duplicado. O resíduo é calculado por litro de mosto, através da multiplicação do valor obtido nos 250 ml por 4, obtendo o valor por litro. O resultado deve ser expresso em mg/l e convertido para 12°P.



Fig. 13: Filtração do mosto para obtenção dos resíduos utilizando o funil de Büchner

### - Sedimento

O mosto recolhido no início de fervura é colocado em cones de *Imhoff* com capacidade de 1 l e deixados em repouso, no frio (1-2°C), durante 3 horas, como se pode observar na fig.14. Após este período verifica-se qual o volume de sedimento. A análise é realizada em duplicado.



Fig.14 : Mosto colocado no cone de Imhoff.

### - Extracto últimas águas

A amostra é filtrada e depois a sua densidade é determinada a 20°C no densitómetro (Antoon Paar BMA5000) e a partir do seu valor, o extracto primitivo da amostra é convertido, utilizando a tabela oficial Goldiner, Klemann e Kämpf. A leitura é realizada em duplicado.

### - Esterilidade do mosto

O mosto é filtrado assepticamente por uma membrana de filtração com poros de dimensão 0.45 µm. Os microrganismos com dimensão superior à dos poros ficam retidos na membrana. Após a filtração, a membrana é transferida para um meio de cultura. O resultado é expresso pela presença de unidades formadoras de colónias (ufc), permitindo analisar se o mosto está esterilizado.

### 3.2.2.3- Dreche

#### - Conteúdo em matéria seca

Uma vez que o teor de humidade da dreche é superior a 17%, esta tem que ser sujeita a um processo de pré-secagem numa estufa a 60°C durante 12 horas. Para isso, pesa-se cerca de 10 g de dreche numa caixa metálica. Depois é seca durante 3 horas numa estufa previamente aquecida a 105°C ±0,5°C. A análise é realizada em duplicado

#### - Extracto disponível total em dreche seca

Determinação do material totalmente extraível da dreche por água, usando um diagrama de brassagem com a adição de enzimas. Para realizar esta análise a dreche foi pré-seca numa estufa a 60°C durante 12 horas e posteriormente moída num moinho Bühler Miag DLFU regulado para moagem grossa (1,0 mm).

Em seguida o amido da dreche foi gelatinizado e hidrolisado por adição de enzimas (0,2 ml de Termamyl 120 L), de água (350 ml) e de uma solução de cloreto de cálcio (10 ml) até atingir a ebulição entre 10-15 minutos. Após atingir a fervura, esta foi mantida durante 15 minutos sempre com agitação. Em seguida a mistura foi arrefecida a 46°C e foram novamente adicionadas enzimas (0,2 Termamyl 120 L e 0,4 ml SAN SUPER 240 L). Os vasos foram colocados no brassin – equipamento que simula as condições de brassagem, através da execução de um programa previamente definido. A amostra foi sujeita a um diagrama com os seguintes patamares: permanência nos 45°C durante 30 minutos; aumento de 1°C por minuto durante 25 minutos até atingir os 70°C; permanência nos 70°C durante exactamente 60 minutos; arrefecimento à temperatura ambiente cerca de 10-15 minutos.

O material insolúvel foi removido depois da brassagem, por filtração, obtendo-se o mosto limpo. O extracto da amostra é calculado a partir dos valores da densidade a 20°C do mosto limpo e do branco constituído por enzimas e solução de cloreto de cálcio. Para calcular o extracto disponível total (EDT) sobre a matéria seca é necessário calcular o EDT tal qual da amostra, através da fórmula:

$$EDT \left( \% \frac{p}{p} \right)_{s.m.t.q} = \left[ \frac{(400 - 25 + 0.25 \times H - E0) \times E}{100 - E} \right] \times 4$$

Em que:

H = Humidade da Dreche pré-seca em % (p/p)

E = Extracto do filtrado em °P (= g de extracto em 100 g de mosto)

E0 = Extracto correspondente à densidade da solução para correcção de enzimas (= g de extracto em 100 g de solução de correcção)

O extracto disponível total sobre matéria seca é calculado através da seguinte fórmula:

$$EDT \left( \% \frac{p}{p} \right), s.m.s. = \frac{EDT (\% s.m.t.q) \times 100}{100 - H}$$

Em que:

EDT s.m.t.q. = calculado anteriormente

H = Humidade da dreche pré-seca em % (p/p)

#### - Extracto solúvel em dreche seca

A determinação do extracto solúvel da dreche é feita através da extracção com água. Para realizar esta análise a dreche foi pré-seca numa estufa a 60°C durante 12 horas e posteriormente moída num moinho Bühler Miag DLFU regulado para moagem grossa (1,0 mm).

O amido da dreche foi extraído com água destilada (250 ml) a 70°C ± 1°C durante 60 minutos. De seguida, a amostra foi arrefecida até cerca de 20°C durante 10 minutos. O material insolúvel é removido por filtração até se obter o mosto limpo. A densidade do mosto limpo é determinada a 20°C e a partir do seu valor calculou-se o extracto da amostra.

O extracto solúvel sobre matéria seca (Es) calculou-se:

$$Extracto Solúvel (ES) \left( \% \frac{p}{p} \right), s.m.s. = \left( \frac{100}{25 - 0.25 \times H} \right) \times \left( \frac{275 + 0.25 \times H}{100 - P} \right) \times P$$

Em que:

ES = Extracto solúvel sobre matéria seca (s.m.s)

H = Humidade da dreche pré-seca em %

P = Extracto do filtrado em °P (g de extracto em 100g de mosto)

#### - Extracto convertido em dreche seca

O extracto convertido pode ser calculado a partir da fórmula:

$$Extracto convertido = EDT s.m.s - ES s.m.s$$

#### - Teste de iodo à dreche

O teste de iodo à dreche foi realizado para verificar o grau de sacarificação da dreche. Para isso espremeu-se cerca de 200 g de dreche, obtendo-se a água de pressão, à qual foram adicionadas algumas gotas da solução de iodo 0,01 N, numa placa branca. Após a adição da solução de iodo verificou-se a reacção: na presença de amido existe mudança de cor da amostra para roxo/azulado, na ausência de amido há mudança de coloração para alaranjado.

#### 3.2.2.4- Causticidade – CIP

O método para determinação da causticidade na CIP baseia-se na titulação ácido-base utilizando como indicador a fenolftaleína. Titulou-se 10 ml de amostra com ácido clorídrico 1 N, até ocorrer viragem do indicador de rosa a incolor. Para calcular a causticidade utiliza-se a seguinte fórmula:

$$Causticidade (\%) = V \times 0.4$$

Em que:

V = Volume de HCl 1 N gasto na titulação (ml).

## 4- Apresentação e discussão de resultados

A apresentação dos resultados é feita de acordo com o tipo de material.

### 4.1- Empaste – Caldeira das caldas

#### - pH

As figuras 15 e 16 apresentam os resultados obtidos na medição do pH nas caldeiras das caldas, da sala 1 e 2 respectivamente.

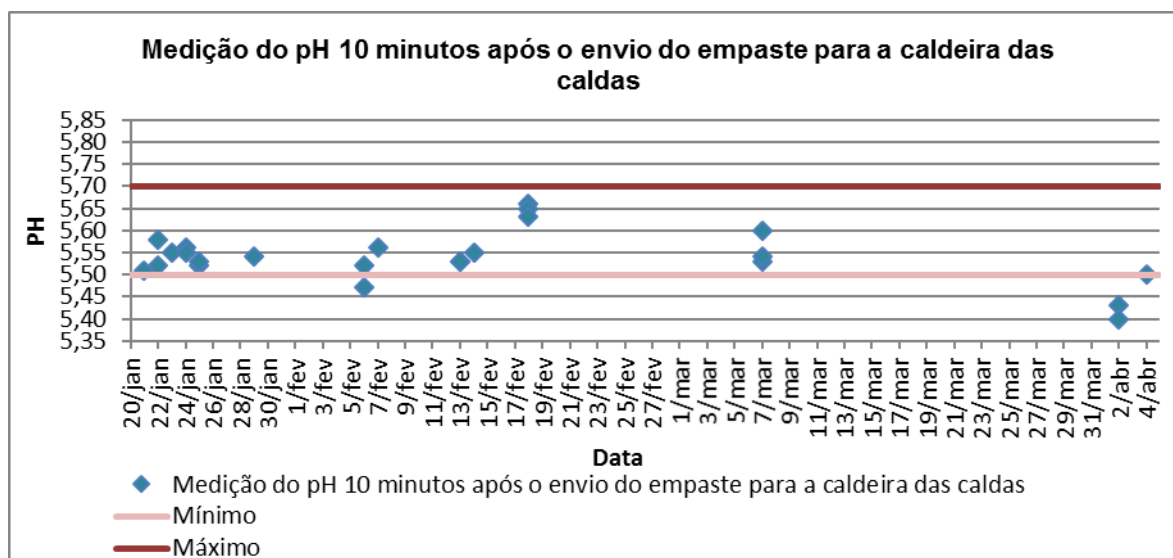


Fig.15: Valor de pH caldeira das caldas e intervalo de valores permitidos – Sala 1

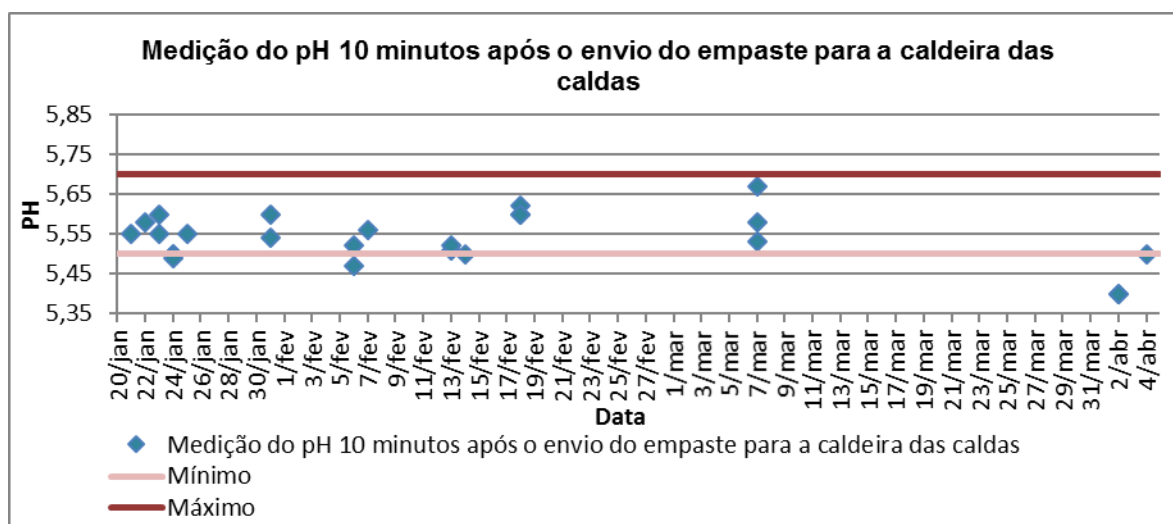


Fig.16: Valor de pH caldeira das caldas e intervalo de valores permitidos – Sala 2

A análise destes resultados permitiu verificar que o pH da empastagem se encontrava em ambas as salas e na sua maioria, dentro dos limites estipulados. No entanto, uma vez que a água da brassagem é acidificada de modo a garantir que o pH é o mais correcto para a actividade enzimática, existe a possibilidade de ocorrer uma sobredosagem de ácido, justificando assim os valores de pH encontrados abaixo do valor mínimo permitido ou próximo do mesmo.



## 4.2- Empaste – Caldeira de empastagem

### - pH

As figuras 17 e 18 apresentam os resultados obtidos na medição do pH nas caldeiras de empastagem, sala 1 e 2 respectivamente. Em ambas as salas, os valores de pH do empaste das caldeiras das caldas estão próximos ou ultrapassam o limite superior permitido. Apesar dos valores se encontrarem ligeiramente superiores ao limite ou próximos do limite, estes não irão comprometer o desempenho da actividade enzimática durante a empastagem.

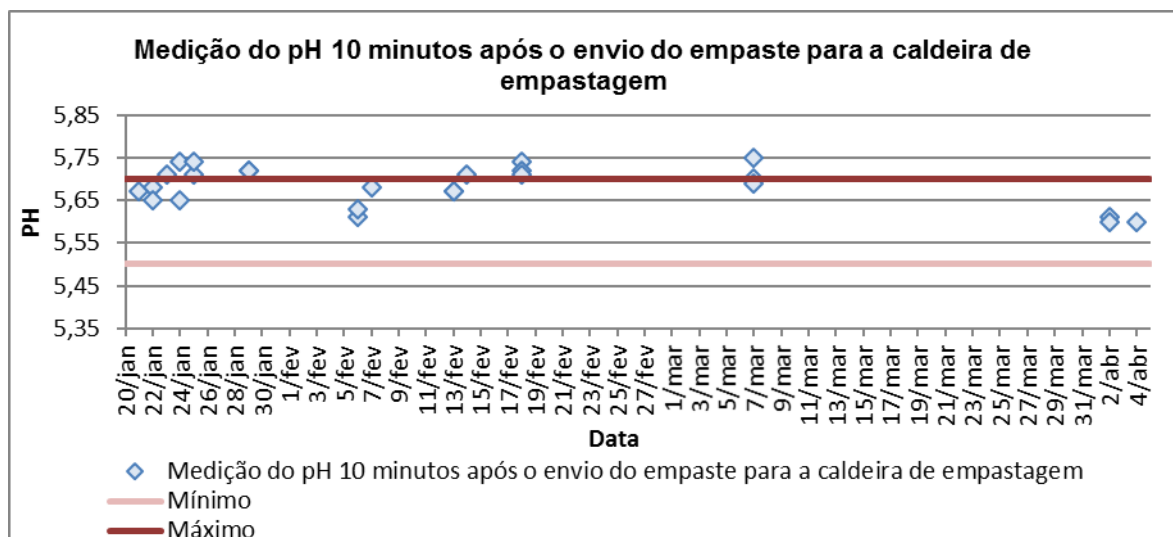


Fig.17: Valor de pH caldeira de empastagem e intervalo de valores permitidos – Sala 1

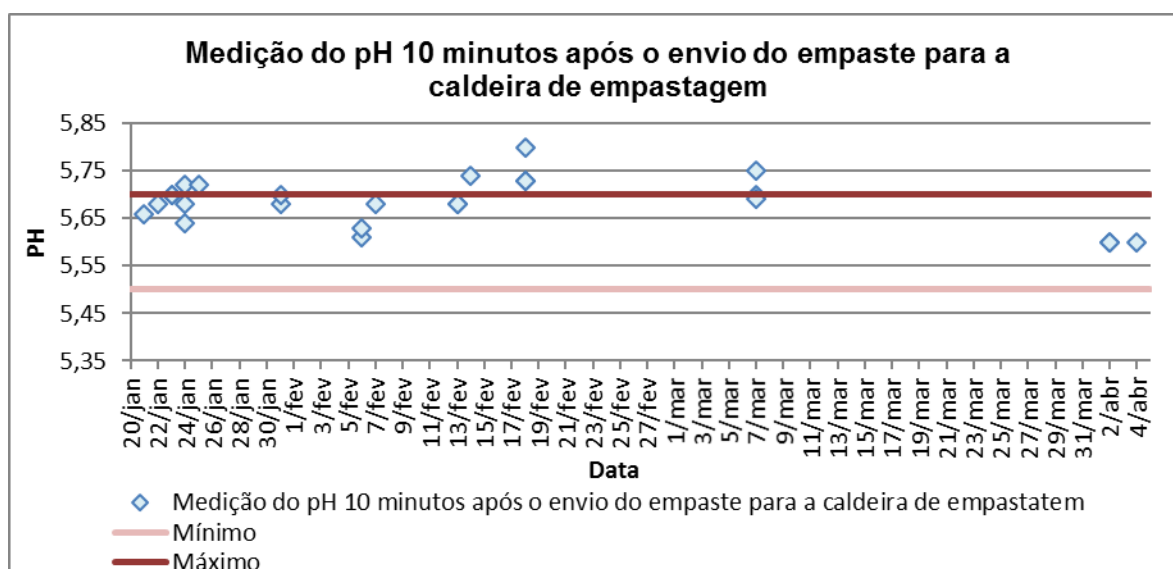


Fig.18: Valor de pH caldeira de empastagem e intervalo de valores permitidos – Sala 2

### - Sacarificação- Teste de iodo

Através do teste de iodo verificou-se que todos os empastes analisados se encontravam sacarificados e em condições para passar para a próxima etapa, a filtração.

### - Sacarificação- Método espectrofotométrico

A determinação do grau de sacarificação pelo método espectrofotométrico foi realizado mas chegou-se à conclusão que não era aplicável ao empaste uma vez que não era possível ler correctamente a absorvância devido às partículas em suspensão (fig.19).

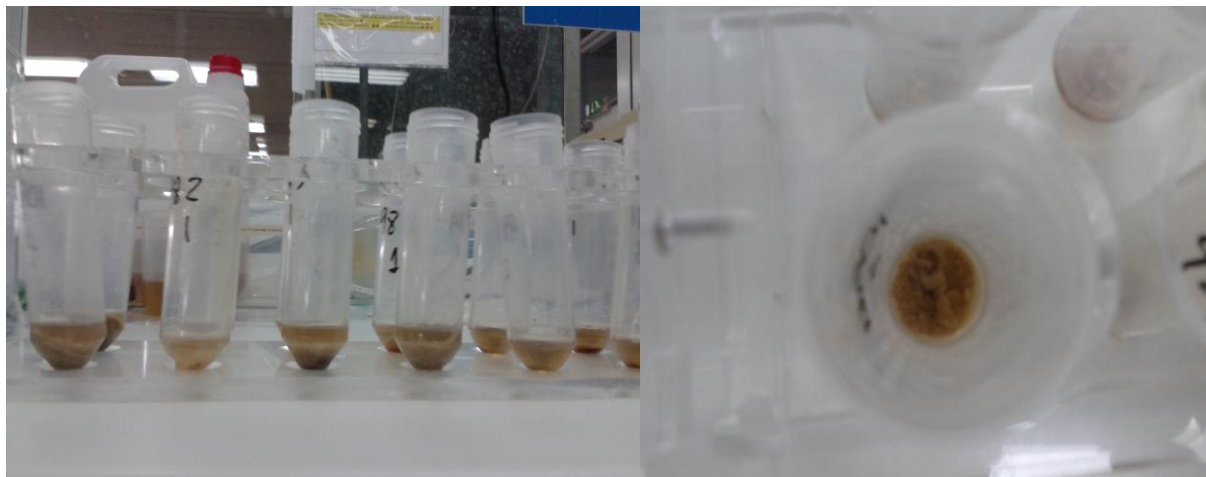


Fig. 19: Amostras do empaste depois de centrifugados e antes de ser lida a absorvância.

Para provar que o método não era indicado foram analisadas várias vezes a mesma amostra e os valores de absorvância obtidos não apresentavam repetibilidade na mesma amostra, correctamente homogeneizada. Além disso, foram realizadas análises a empastes garantidamente sacarificados e a absorvância obtida não confirmou os resultados. Assim, este método só foi aplicado a mosto.

### 4.3- Mosto – Filtro

#### - Viscosidade

Na figura 20 são apresentados os resultados obtidos na análise da viscosidade do mosto denso a 20°C bem como os tempos de filtração relativos aos fabricos analisados.

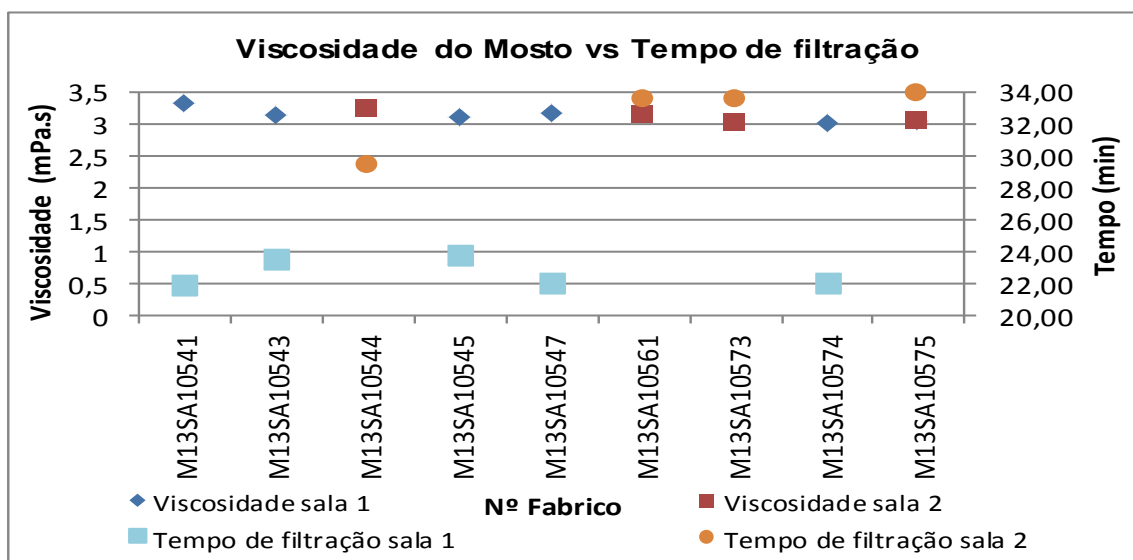


Fig.20: Resultados de viscosidade do mosto na sala 1 e 2 e respectivos tempos de filtração.

A viscosidade é um dos parâmetros que pode comprometer a eficácia da filtração, pois mostos muito viscosos conduzem ao aumento do tempo de filtração. Verificou-se que os tempos de filtração dos mostos foram diferentes da sala 1 para a sala 2. No entanto a diferença dos tempos de filtração entre as duas salas não é justificada pela viscosidade do mosto, uma vez que, os mostos apresentavam valores de viscosidade semelhantes. A diferença dos tempos de filtração pode ser explicada por variabilidade e granulometria do malte e irregularidade na dosagem do *trub*.

#### - Sacarificação- Método espectrofotométrico

Na fig. 21 são apresentados os valores obtidos de sacarificação do mosto no início da filtração e pré-compressão. Os fabricos que possuem valores superiores a 0,1 não se encontram sacarificados, ou seja, existe presença de amido não degradado.

Na grande maioria das amostras o amido encontrava-se totalmente hidrolisado no início da filtração. No entanto, como pode ser observado, apesar de algumas amostras não se encontrarem sacarificadas no início da filtração, na fase de pré-compressão, verificou-se que o mosto já se encontrava totalmente sacarificado. Isto é explicado pelo facto de, durante a filtração, ainda existir presença de algumas enzimas que vão contribuir para a degradação do amido que possa ainda não estar hidrolisado.

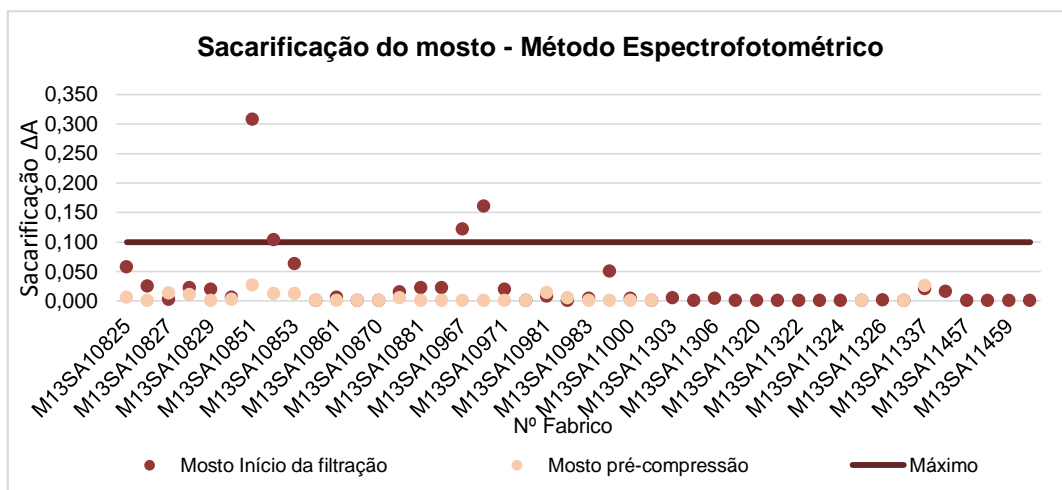


Fig. 21: Resultados obtidos na análise da sacarificação do mosto no início de filtração e na pré-compressão, através do método espectrofotométrico.

#### - Extracto últimas águas de filtração

Nas figuras 22 e 23 são apresentados os valores obtidos na medição do extracto das últimas águas de filtração da sala 1 e 2 respectivamente. Tanto na sala 1 como na 2, existem valores superiores e inferiores aos limites estipulados tanto pela Heineken como pela Sociedade Central de Cerveja. O valor de extracto das últimas águas é influenciado por afinações realizadas na moagem, mudança de crivos, alteração da receita, pré-compressão, ajustes do filtro nomeadamente aumento da carga. Basta uma alteração em qualquer um destes parâmetros para que o extracto das últimas águas seja afectado.

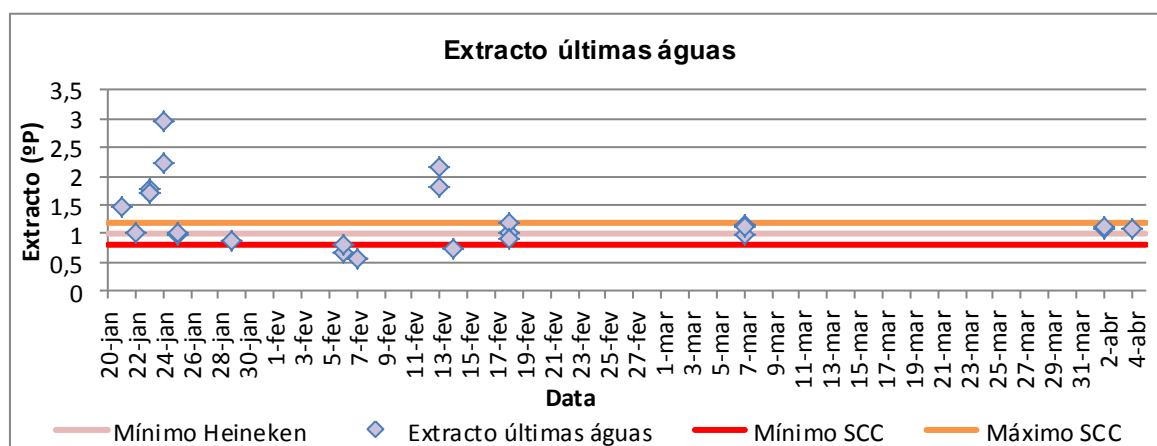


Fig.22: Valor do extracto últimas águas- Sala 1

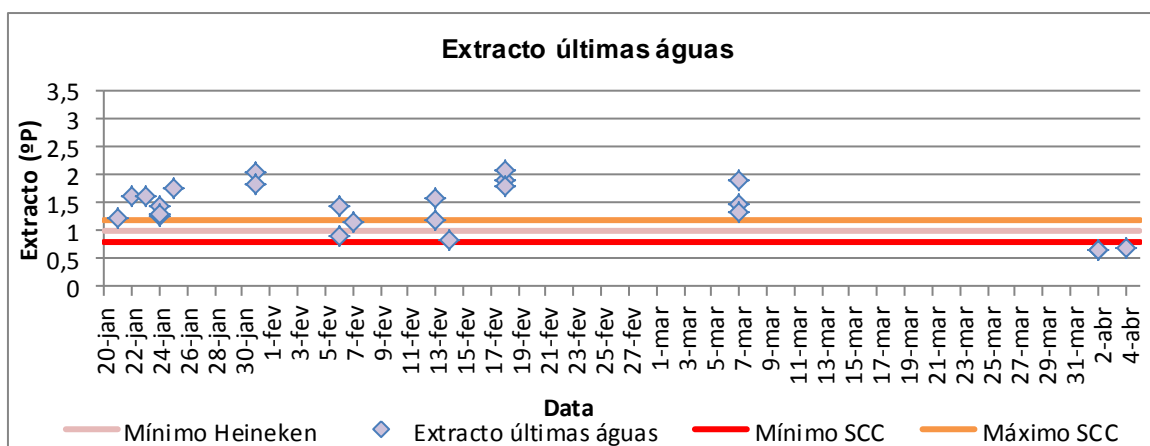


Fig.23: Valor do extracto últimas águas – Sala 2

Uma maior compressão durante a extracção do mosto aumenta a libertação de compostos do empaste para o mosto e consequentemente o extracto das últimas águas é mais baixo (Kühbeck et al. 2006).

Quando os valores de extracto de últimas águas são muito elevados significa que a extracção não foi bem realizada, e consequentemente irá existir perda de extracto na dreche. Quando os valores de extracto são muito baixos, significa que a extracção foi demasiado eficiente, podendo comprometer as características sensoriais do mosto. É um parâmetro que deve ser monitorizado e optimizado.

Os valores medidos no início do estudo eram muito dispersos. Com o decorrer da optimização do funcionamento do filtro, através da realização de ajustes sucessivos, foram obtidos valores cada vez mais semelhantes. No final do estudo, os valores de extracto das últimas águas de filtração encontravam-se dentro dos limites estabelecidos.

### - Turvação

A leitura da turvação do mosto deveria ter sido efectuada em duas alturas da filtração, através de um medidor em linha, uma durante 85% do tempo de filtração, incluindo as últimas águas e a outra aos 5 minutos de filtração, depois do filtro se encontrar cheio. Uma vez que na Sociedade Central de Cervejas não existe um medidor em linha para medir a turvação do mosto, não foi possível analisar estes parâmetros através do método definido inicialmente pela Heineken. No entanto, foram recolhidas amostras de mosto nestas duas fases, em que a amostra de 85% do tempo de filtração foi recolhida de 10 em 10 minutos, obtendo-se uma amostra composta. Este parâmetro foi avaliado através do método de análise laboratorial.

Apesar de existirem limites estipulados pela Heineken, esses limites não se aplicam ao método de análise laboratorial, mas sim ao método de medição da turvação em linha. O método laboratorial não possui valores limites, pelo que a análise dos resultados foi efectuada através de análise comparativa.

Os valores obtidos na medição da turvação do mosto são apresentados na figura 24, 25, 26 e 27, respectivamente.

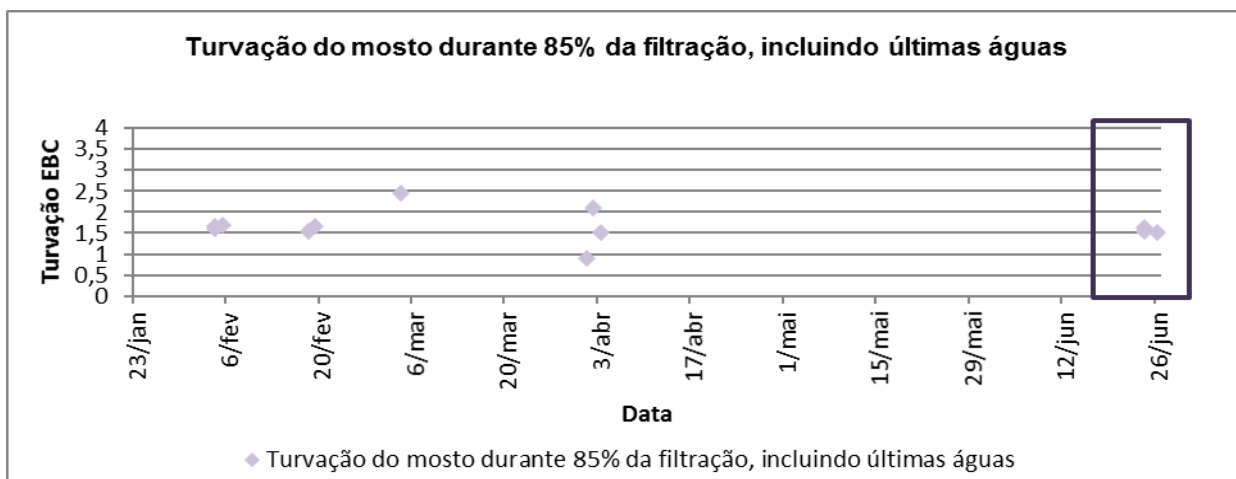


Fig.24: Valores de turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas – Sala 1

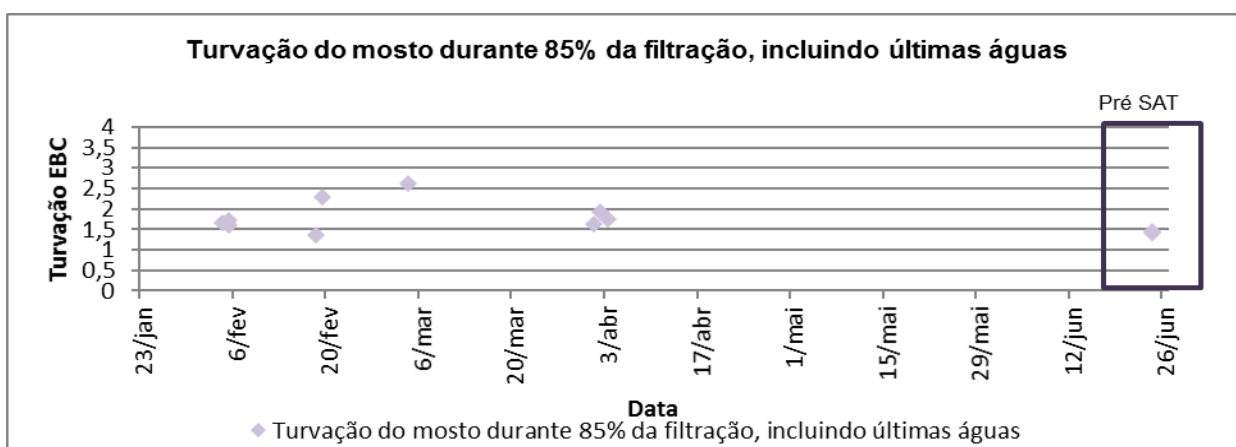


Fig.25: Valores de turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas – Sala 2

A turvação do mosto é influenciada pelas características das matérias-primas utilizadas e pelo programa de filtração, nomeadamente a espessura da camada filtrante, o número de águas de lavagem e tempo de filtração definido. Por outro lado, utilizando material com uma granulometria mais fina, o conteúdo em ácidos gordos vai ser maior, logo a turvação do mosto também vai ser mais evidente (Kühbeck et al.2006).

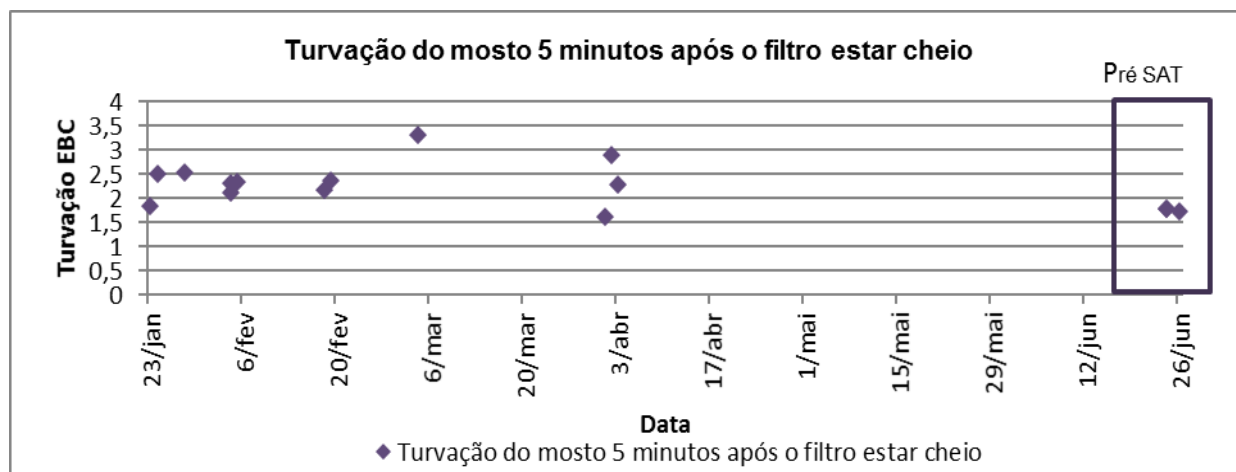


Fig.26: Valores de turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio – Sala 1

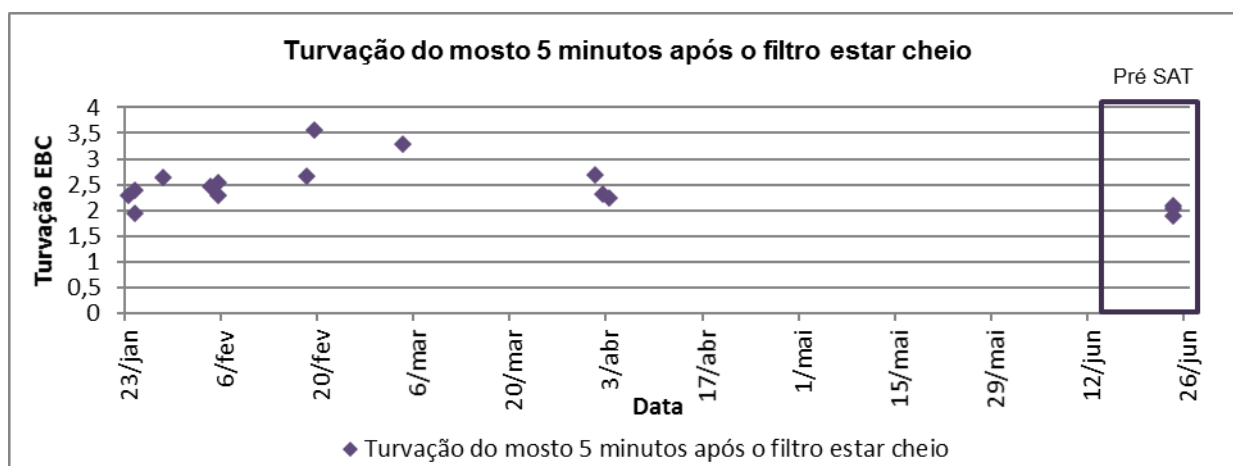


Fig.27: Valores de turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio – Sala 2

Os valores de turvação medidos aos 5 minutos de filtração são ligeiramente superiores aos medidos ao longo dos 85% da filtração, o que faz sentido, uma vez que os segundos foram analisados a partir de uma análise composta, incluindo últimas águas, portanto uma amostra mais diluída. A maioria dos valores encontra-se na mesma gama, com excepção de algumas amostras. É de notar, que no início do estudo existe uma maior dispersão dos valores. Com o passar do tempo, os valores obtidos são cada vez mais homogêneos.

#### - Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura

Nas figuras 28 e 29, estão representados os resultados obtidos na análise dos resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura, da sala 1 e 2 respectivamente.

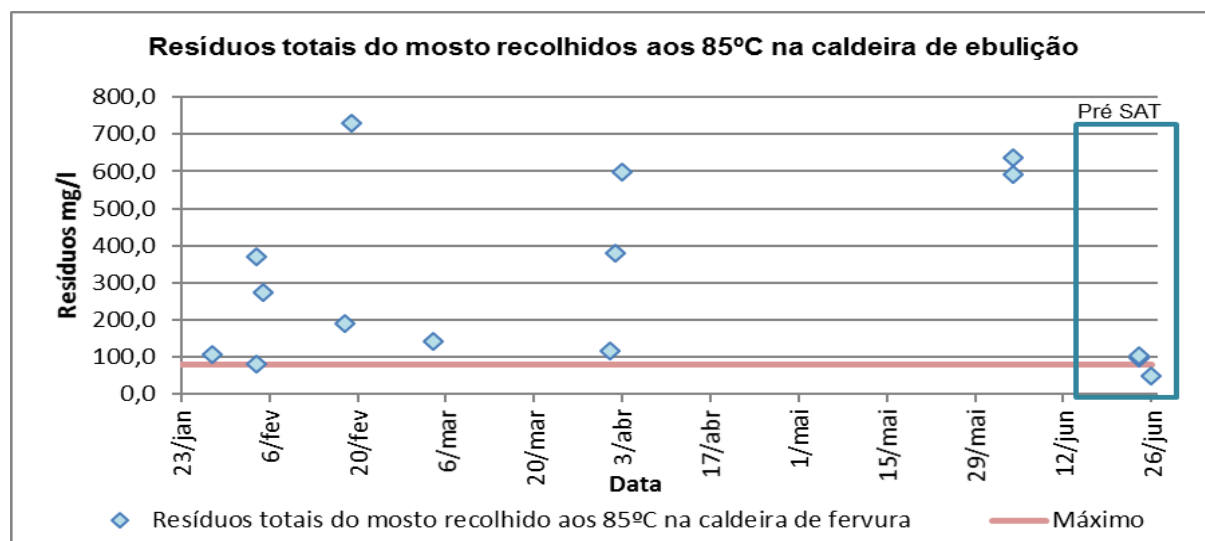


Fig.28: Valores dos Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura – Sala 1

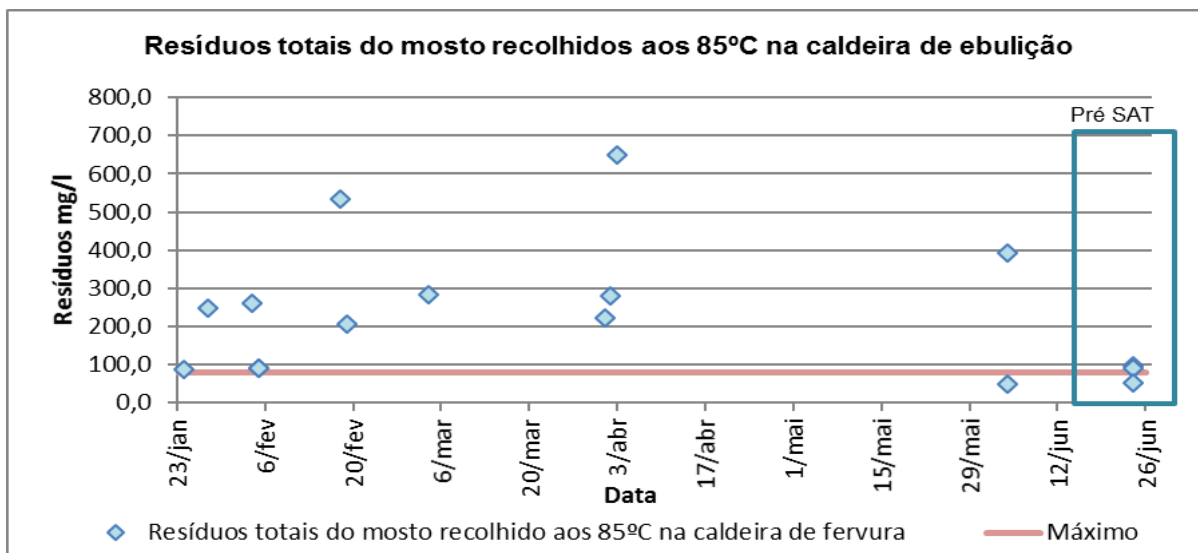


Fig.29: Valores dos Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura – Sala 2

Face à análise dos gráficos é de notar que na sala 1 existe uma maior dispersão dos resultados, uma vez que a caldeira de ebulição da sala 1 não possui um *jetstar* (bomba de recirculação do mosto) dificultando uma correcta homogeneização do mosto e uma amostragem mais representativa do fabrico. Como não existe esta homogeneização, os resíduos têm tendência a acumular-se no fundo da caldeira e quando retiramos uma amostra, esta é composta pelos resíduos depositados no fundo. De modo a obter uma melhor homogeneização da amostra, é necessário deixar a bomba da caldeirinha do lúpulo, local de amostragem, com a circulação do mosto activa. Na amostragem para o pré SAT, a amostra foi recolhida após a bomba circular o mosto, a amostragem foi mais correcta, e os valores obtidos encontram-se dentro da mesma gama de valores e mais próximos do limite máximo. Na sala 2, apesar de possuir *jetstar*, existiram alguns valores demasiado dispersos, provavelmente devido ao facto de a caldeira ainda não estar totalmente cheia, pelo que se passou a fazer a amostragem da mesma maneira que na sala 1, deixando o mosto circular na bomba.

A dispersão dos valores também pode ser explicada pelas constantes afinações no filtro e na granulometria da moagem, registadas durante a fase inicial do projecto, uma vez que o tempo de filtração ainda estava a ser optimizado. Um dos exemplos do reflexo do aumento de carga nominal no filtro para 100 % na sala 1 e para 103% na sala 2 são os valores obtidos no dia 3 de Abril de 2013, relativamente mais altos do que os registados noutras datas.

Os resíduos totais no mosto podem ser explicados pela utilização de uma granulometria fina na moenda, resultando num maior conteúdo em ácidos gordos e dificultando a filtração (Kühbeck et al. 2006)

#### - Sedimento

Os resultados obtidos na leitura do cone *imhoff* referente ao mosto recolhido no início de fervura da sala 1 e 2 encontram-se representados na figura 30 e 31, respectivamente.



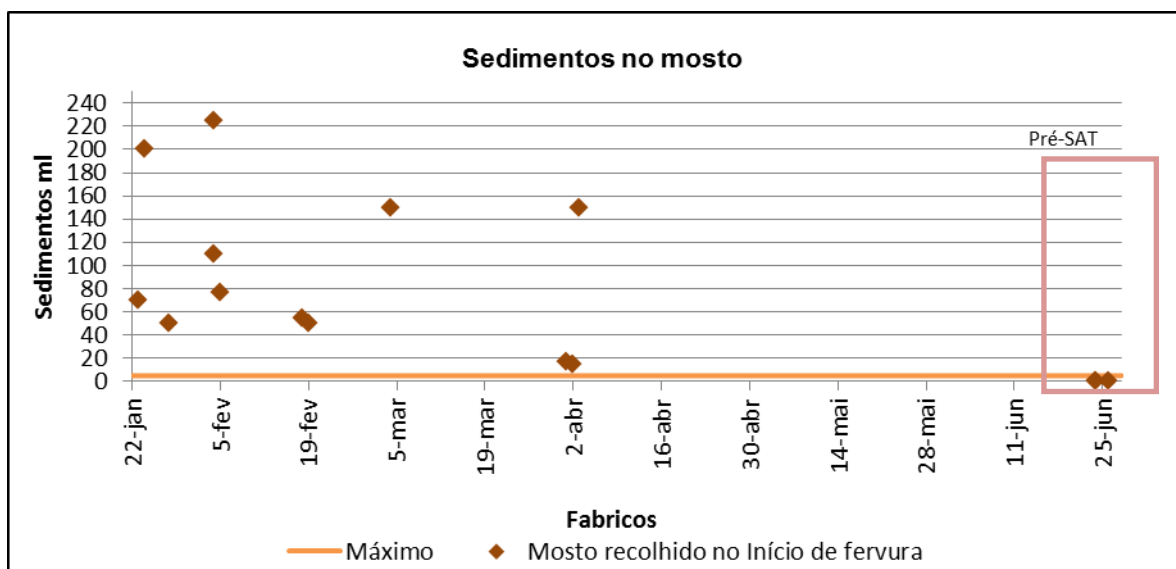


Fig.30: Valores do Cone de Imhoff no início de fervura, na caldeira de fervura – Sala 1

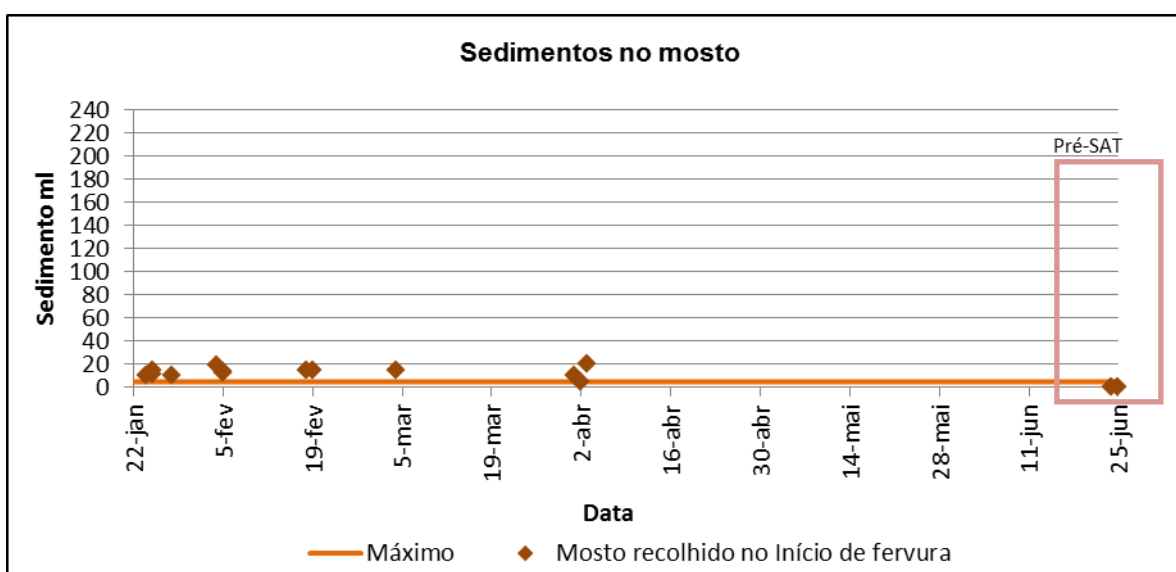


Fig.31: Valores do Cone de Imhoff no início de fervura, na caldeira de fervura – Sala 2

Após a análise dos gráficos verificou-se, que à semelhança da análise dos resíduos totais, na sala 1 existe uma maior dispersão dos resultados em comparação com a sala 2. Tal como foi referido a caldeira de ebulição da sala 1 não possui um *jetstar*, o que dificulta uma correcta homogeneização do mosto e uma amostragem mais representativa do fabrico. Como não existe esta homogeneização, os resíduos têm tendência a acumular-se no fundo da caldeira. De modo a obter uma melhor homogeneização da amostra, é necessário deixar a bomba da caldeirinha do lúpulo, local de amostragem, com a circulação do mosto activa, tal como se fez na análise da turvação. Na amostragem para o pré SAT, a amostra foi recolhida após a bomba circular o mosto, a amostragem foi mais correcta, e os valores obtidos encontram-se dentro da mesma gama de valores e mais próximos do limite máximo. A dispersão dos valores também pode ser explicada pelas constantes afinações no filtro e na granulometria da moagem, registadas durante a fase inicial do projecto, uma

vez que o tempo de filtração ainda está a ser otimizado. Na sala 2, devido ao *jetstar*, a dispersão dos valores é quase nula, encontrando-se muito perto do limite estipulado.

Além disso, no início da fervura, estão presentes no mosto, algumas estruturas de proteínas derivadas da solubilização ou degradação parcial das proteínas do mosto (Leather, 1994), que podem ser responsáveis pela presença de sedimento.

#### **- Esterilidade do mosto**

Após a análise das membranas colocadas no meio de cultura foi possível verificar que não existia presença de formação de colónias de microrganismos, ou seja, nenhuma das amostras de mosto arrefecido estava contaminada. A CIP foi eficaz na prevenção de contaminação do mosto arrefecido.

#### 4.4- Dreche – Filtro

##### - Conteúdo em matéria seca da dreche

Nas figuras 32 e 33 estão representados os resultados obtidos na análise do conteúdo da matéria seca da dreche na sala 1 e 2, respectivamente.

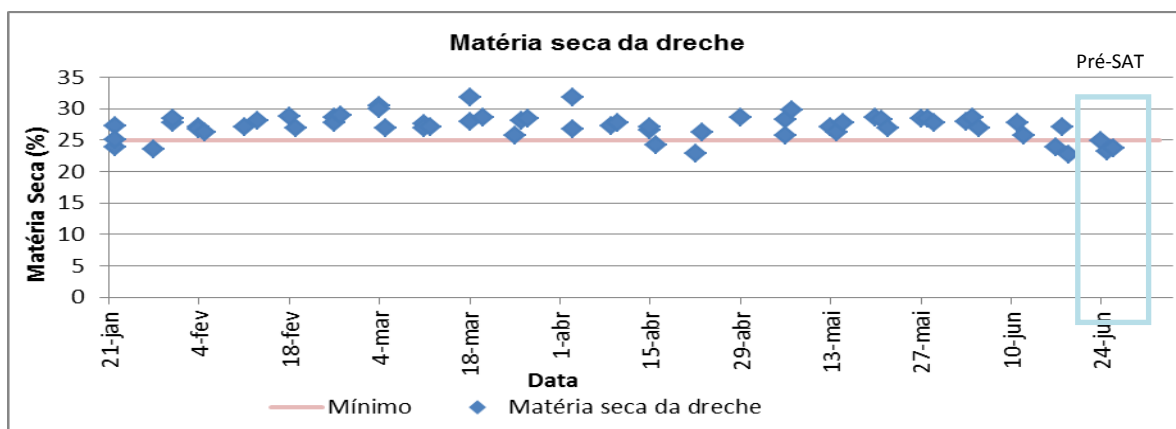


Fig.32: Valores do conteúdo em matéria seca da dreche – Sala 1

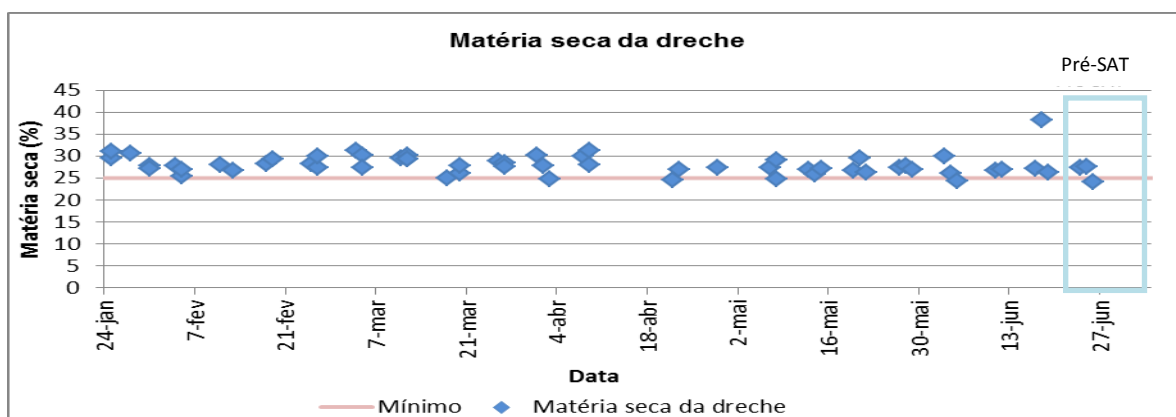


Fig.33: Valores do conteúdo em matéria seca da dreche – Sala 2

É de notar que os valores obtido, na sua maioria, se encontram acima do limite mínimo estipulado, ou seja, a compressão efectuada pelo filtro está a ser eficaz e o objectivo do filtro de produzir dreche mais seca está a ser cumprido. No entanto, verificou-se a existência de alguns valores fora do limite, em que o teor de humidade das dreches se encontrava acima do limite pretendido uma vez que a compressão não estava a ser eficaz.

##### - Extracto dreche seca

###### → Extracto total na dreche seca

O extracto total da dreche seca é a soma do extracto solúvel e do extracto convertido. Na figura 34 e 35 estão representados os valores obtidos para a sala 1 e 2, respectivamente. O extracto total foi analisado para se poder obter o extracto convertido na matéria seca.

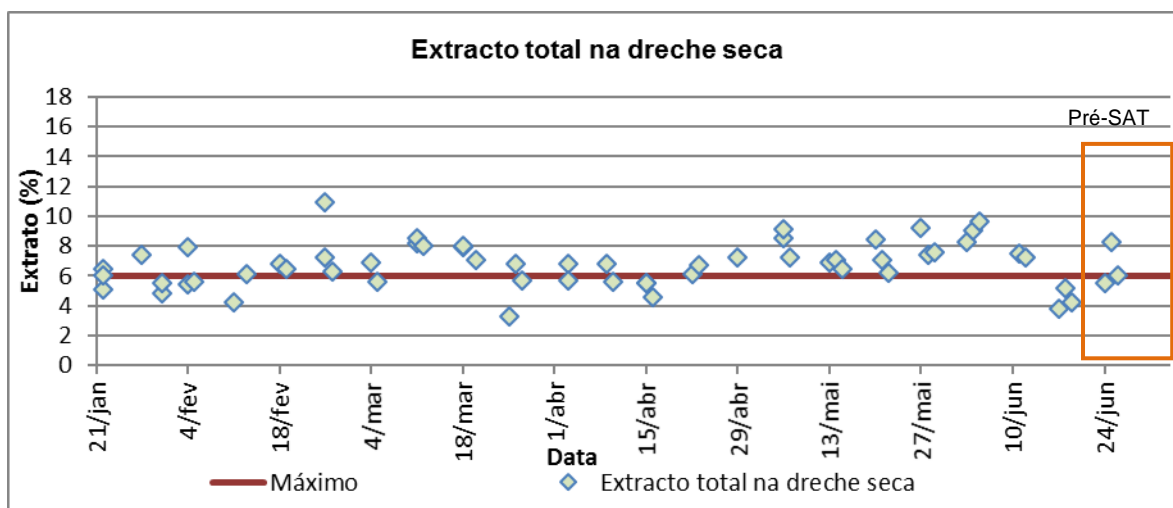


Fig.34: Valores do extracto total na dreche seca – Sala 1

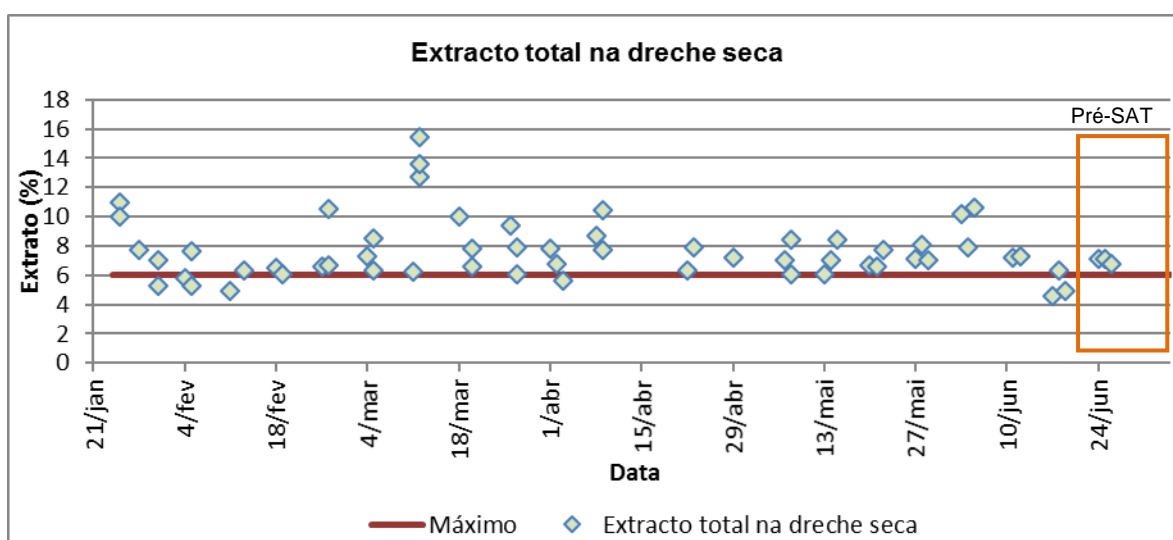


Fig.35: Valores do extracto total na dreche seca – Sala 2

### → Extracto solúvel na dreche seca

Os resultados do extracto solúvel na dreche seca na sala 1 e 2, são apresentados nas figuras 36 e 37, respectivamente.

Ao analisar os gráficos, é de notar que, em ambas as salas, os valores obtidos no início do estudo se encontram em gamas de valores mais dispersos. Ao longo do tempo, os valores obtidos vão sendo cada vez mais semelhantes. Os valores elevados são justificados por uma lavagem ineficiente da dreche, ou seja, o extracto presente na dreche não é todo lixiviado para o mosto. Quando existe um aumento da água na empastagem, o volume de água utilizado na lavagem é menor, logo vai existir uma menor extracção para o mosto e o extracto solúvel presente na dreche vai ser superior ao limite. Uma carga de filtro heterogénea também pode ser responsável por extractos solúveis da dreche elevados. A obtenção de valores dentro do limite deve-se à presença de um bolo filtrante homogéneo ou de uma lavagem da dreche eficiente.

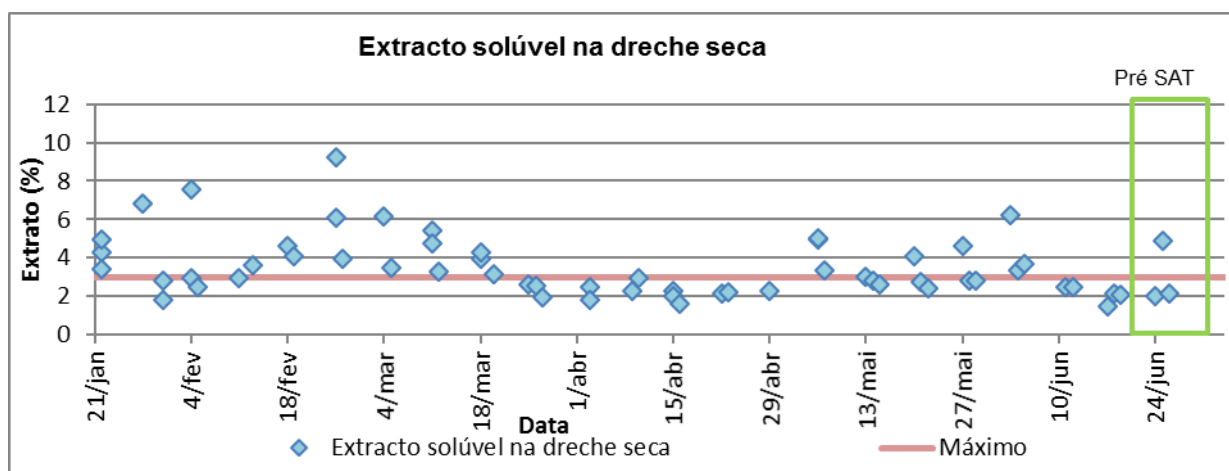


Fig.36: Valores do extracto solúvel na dreche seca – Sala 1

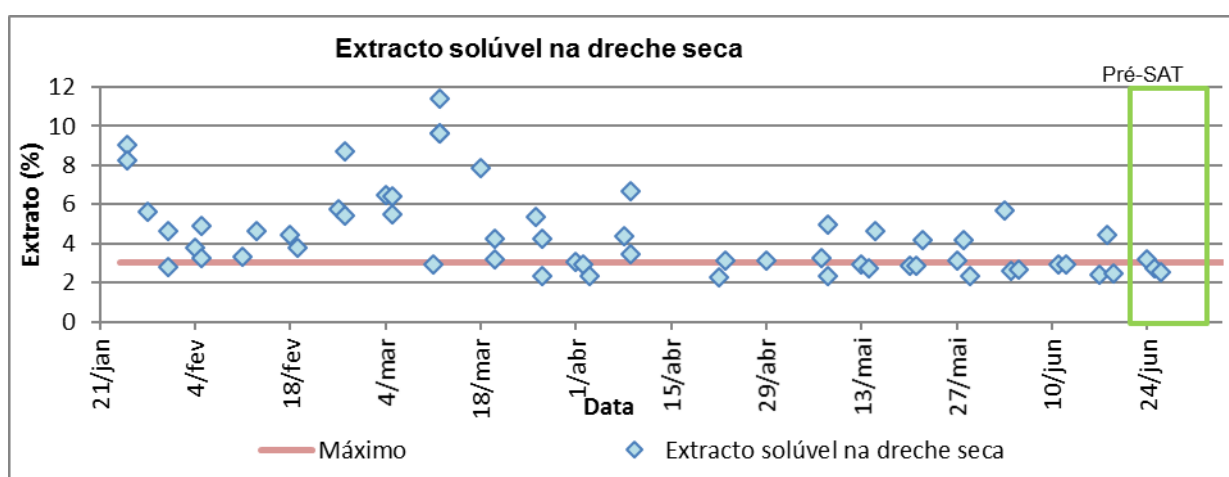


Fig.37: Valores do extracto solúvel na dreche seca – Sala 2

Para além dos motivos relacionados com o filtro, a alteração do método de secagem da dreche, a 18 de Março de 2013, em que a dreche passou a ser seca durante 12h em vez das 48h iniciais, provocaram uma diminuição da percentagem de extracto solúvel da dreche seca. A permanência da dreche na estufa de secagem, a 60°C durante mais de 12h, pode provocar reacções na dreche, nomeadamente conversão do amido remanescente ou torra da dreche (Mussatto,2004), aumentando o extracto solúvel na dreche, explicando os valores mais elevados verificados até dia 18 de Março.

→ **Extracto convertido na dreche seca** Os valores obtidos na análise do extracto convertido da dreche seca na sala 1 e 2, estão representados nos gráficos da figura 38 e 39, respectivamente.

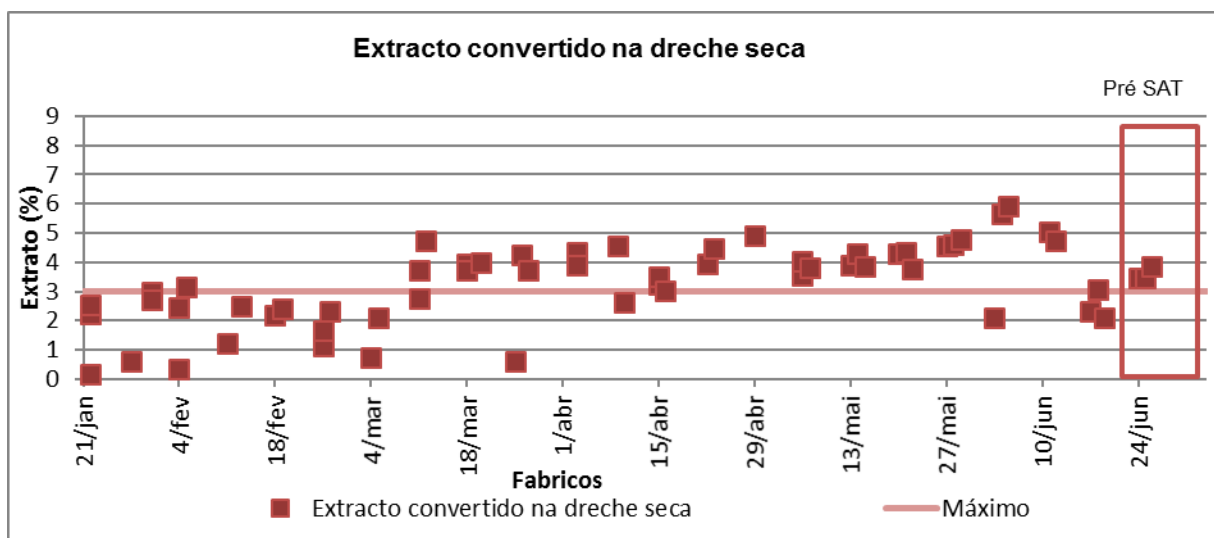


Fig.38: Valores do extracto convertido na dreche seca – Sala 1

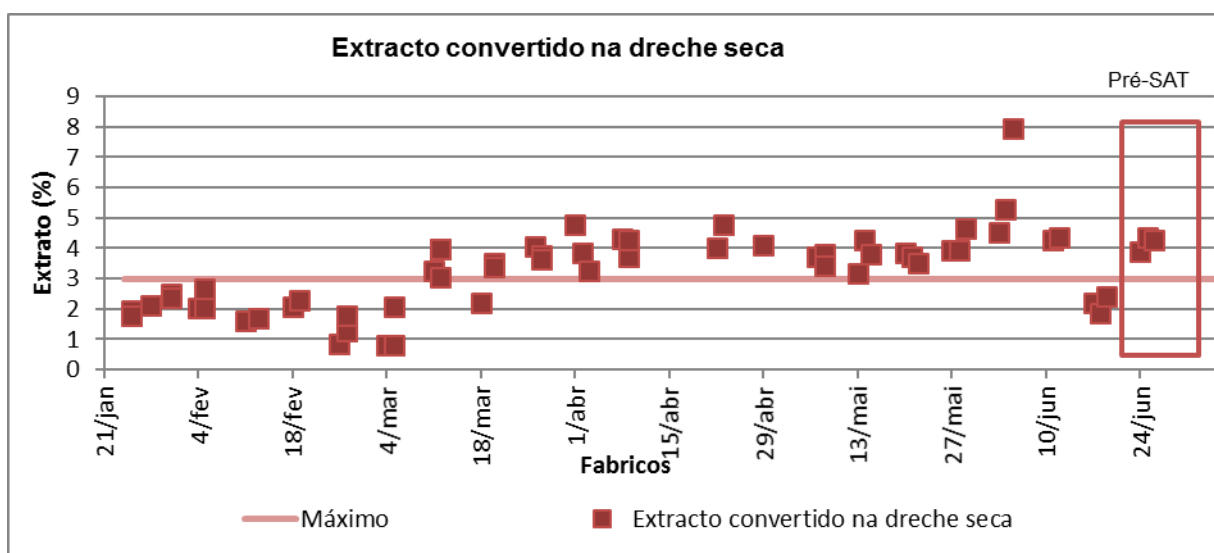


Fig.39: Valores do extracto convertido na dreche seca – Sala 1

Através da análise dos gráficos é possível verificar que inicialmente os valores de extracto convertido se encontravam abaixo do limite máximo estipulado e que a partir de dia 18 de Março de 2013 existiu uma inversão, e os valores passaram a estar acima do limite máximo. Esta alteração deveu-se a mudança do método de secagem da dreche, nesta data, em que a dreche passou a ser seca durante 12h em vez das 48h iniciais, provocando um aumento do extracto solúvel da dreche seca. A permanência da dreche na estufa de secagem, a 60°C durante mais de 12h, pode provocar reacções na dreche aumentando o extracto solúvel como já foi referido anteriormente. Ao colocar a dreche a secar durante as 12h, foram reduzidas as hipóteses de sujeitar a dreche a estas reacções, aumentando o extracto disponível para poder ser convertido a nível laboratorial e contribuindo para o aumento do extracto convertido na dreche seca. Assim, a permanência da dreche na estufa durante menos tempo, juntamente com o uso de uma nova enzima na execução do método, permitiu à obtenção de valores de extracto convertido mais elevados.

Através da optimização do diagrama de fabrico e do aumento da velocidade de agitação é possível obter valores de extracto convertido mais baixo, uma vez que estes dois parâmetros contribuem para

uma melhor sacarificação do mosto. A granulometria do malte moído também pode contribuir para o extracto convertido pois se for demasiado grosseira dificulta o acesso ao amido e a sua degradação.

### - Sacarificação da dreche

Na tabela 7, estão representados os resultados obtidos através da análise de sacarificação da dreche.



Fabricos	Resultado	
M13SA10981	Ok	
M13SA10982	Ok	
M13SA10983	Ok	
M13SA10984	NOK	
M13SA11000	NOK	
M13SA11001	NOK	

Tabela 7: Resultados da análise de sacarificação da dreche

É visível a reacção do iodo com o amido nos fabricos M13SA10984, M13SA11000 e M13SA11001. A mudança de cor para azul/roxo, associada à reacção ao iodo, significa que ainda existe presença de

amido residual na dreche. A presença de amido na dreche pode ser justificada por uma conversão inadequada do amido, não sendo este degradado na sua totalidade durante a empastagem.

É de esperar que uma conversão inadequada do amido durante a empastagem provoque um aumento do tempo de filtração, sendo por isso importante realizar uma comparação entre estes dois factores (fig. 40) de forma a verificar esta relação. Como se pode verificar através da análise do gráfico, o tempo de filtração da dreche não sacarificada é ligeiramente mais elevado, mas a diferença não é significativa, revelando que a sacarificação da dreche não possui um impacto tão significativo como seria de esperar.

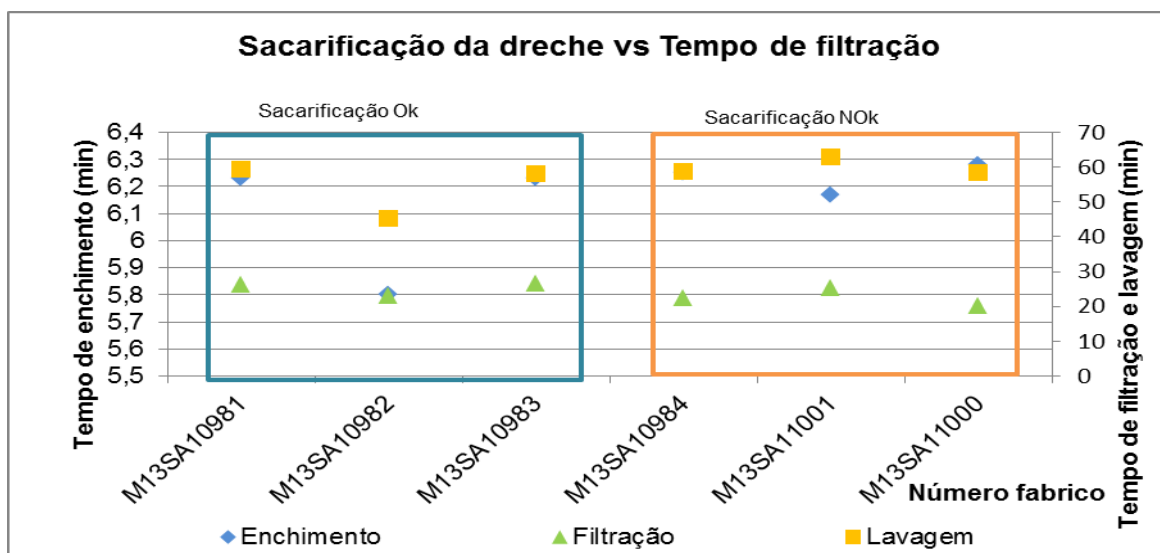


Fig.40: Resultados da sacarificação da dreche e tempos de enchimento, filtração e lavagem – Sala 1



#### 4.5- CIP

Foi analisada a causticidade da CIP dos filtros, das caldeiras e da linha de arrefecimento do mosto, e os resultados obtidos encontram-se apresentado na tabela 9.

Através da análise da tabela, é possível verificar que a causticidade da CIP das caldeiras esteve sempre dentro dos valores estipulados, ao contrário da causticidade da CIP do filtro que apresentou dois valores ligeiramente abaixo do limite e um valor muito acima do limite. O valor acima do limite deveu-se a uma avaria no caudalímetro, provocando um bombeamento contínuo de soda para o tanque sem que fosse necessário. Apesar de ser um valor muito elevado, não representa um perigo a nível de segurança, desde que exista, após a limpeza alcalina, um enxaguamento controlado, e que este só termine quando o pH é o desejado. A única desvantagem de utilização de soda em excesso é o custo da soda e da água extra necessária para enxaguar o equipamento. Os valores abaixo do limite, presentes tanto nos resultados da CIP dos filtros como na CIP da linha de arrefecimento do mosto, resultam de pequenos ajustes com soda que não foram realizados. Uma vez que o processo é automatizado, pode existir algum desnível em relação ao limite.

Tabela 8: Resultados da Causticidade da CIP das caldeiras, filtros e linha de arrefecimento do mosto.

Datas	Limites	2-3%	2-3%	2-3%
		CIP Caldeiras	CIP Filtros	CIP Linha arrefecimento do mosto
1ª Semana	Causticidade	2,70%	1,73%	
3ª Semana	Causticidade	2,37%	1,74%	2,40%
5ª Semana	Causticidade	2,32%	2,90%	1,60%
3º Mês	Causticidade	2,66%	2,65%	
Pré SAT	Causticidade	2,60%	7,44%	-
Dentro do Limite				
Fora do limite				
Amostra em falha				

## 5- Conclusões

O presente trabalho teve como objectivo acompanhar o projecto de optimização das duas salas de brassagem da SCC de modo a poder validar as alterações feitas. Para tal foram realizadas análises aos parâmetros que influenciam a eficácia do filtro, uma vez que o tempo de filtração deve ser o mínimo de modo a garantir a possibilidade de realizar 12 fabricos por dia; foram também analisados parâmetros necessários à validação da sala de brassagem com o objectivo de verificar se o filtro estava a realizar uma filtração eficaz do mosto. Por fim, foram analisados alguns parâmetros que apesar de não serem importantes para a validação das salas devem ser monitorizados e controlados, e alguns deles podem mesmo fornecer informações importantes sobre a eficácia da filtração.

Através da análise dos resultados obtidos foi possível concluir que o pH, a viscosidade, o grau de sacarificação do empaste, do mosto e da dreche não exerceram uma influencia significativa no aumento do tempo de filtração e na eficácia do filtro, contrariamente ao esperado. Para além do tempo de filtração, existem outros factores que poderão condicionar a realização do número de fabricos desejados (12 fabricos por dia), como uma ineficiente taxa de aquecimento das caldeiras, atraso no envio da empastagem para as caldeiras e atrasos no tempo de fervura.

Observando os resultados obtidos na análise dos parâmetros determinantes para a validação das salas de brassagem, verificou-se um incumprimento dos limites nos seguintes parâmetros: resíduos totais, matéria seca da dreche, extracto solúvel da dreche seca e causticidade da CIP filtros, sendo estes responsáveis pela impossibilidade de realizar o SAT. Deste modo, não foi possível ainda finalizar o projecto e consequentemente validar as das duas salas de brassagem.

De futuro, é necessário analisar outros factores como a variabilidade do malte, a granulometria do malte e a irregularidade na dosagem do *trub* que podem provocar um caudal muito alto de permeado, afectando o tempo e a selectividade da filtração.

Para finalizar o projecto, é necessário continuar a realizar afinações dos equipamentos e do processo de modo a que os parâmetros definidos inicialmente sejam cumpridos.

## 6- Referências Bibliográficas

Aliyu, S. & Bala, M. (2010); Review - Brewer's spent grain: A review of its potentials and applications; *African Journal of Biotechnology*, Volume 10 (3), pp.324-331.

Bamforth, C.W.(2001); Nutricional aspects of beer – a review; *Nutrition Research*, 22 (2002), pp. 227-237.

Briggs, D.E; Hough, J.S; Stevens, R. and Young, T.W. (1981); *Malting and Brewing Science*; Volume 1; 2 ed.London: Chapman & Hall.

Briggs, D.E; Boulton, C.A; Brookes, P.A. and Stevens R. (2004); *Brewing: Science and Practice*; Cambridge: Woodhead publishing limited.

Coghe, S; D'Hollander, H; Verachtert, H. and Delvaux, F.R. (2005); Impact of Dark Specialty Malts on Extract Composition and Wort Fermentation; *Journal Institute Brewing*, Volume 111 (1), pp.51-60.

Eßlinger, H. & Narziß, L. (2012); Beer in: Encyclopedia of Industrial Chemistry; Weinheim: Wiley- VCH Verlag GmbH & Co.

Goldammer, T. (2008); *The Brewer's Handbook*; Second Edition ed U.S.A.: Apex Publishers.

Hughes, P.S & Baxter, E.D. (2001); Beer: Quality, Safety and Nutricional aspects; The Royal Society of Chemistry; Cambridge: UK.

Iserentant, D.(2003); Beers: Recent Technological Innovations in Brewing; Fermented Beverage Production; Springer US; pp. 41-58.

Kühbeck, F; Back, W; Krottenthaler, M. (2006); Influence of Lauter Turbidity on Wort Composition, Fermentaton Performance and Beer Quality – A Review; *Journal Institute Brewing*, Volume 112 (3), pp. 215-221.

Kunze, W. (1996); *Tecnology Brewing and Malting*; Berlin: VLB Berlin.

Leather, R.V. & Ward, I.L. (1994); The Effect of wort pH on copper fining performance; *Journal Institute Brewing*, Volume 101, pp. 187-190.

Meura (2012); Global presentation: Projecto – Central Cervejas Vialonga.

Mussatto, S.I.; Dragone, G.; Roberto, I.C. (2004); Brewer's spent grain: generation, characteristics and potential applications; *Journal of Cereal Science*; Volume 43 (2006), pp. 1-14.

O'Rourke, T. (1999); Milling & Mashing; *Brewers' Guardian*, pp. 35-38.

Paquete, M. (2007); A Cerveja no mundo e em Portugal: história, hábitos de bebida e gastronomia; Sintra: Colares Editora.

Pinto, A.R.M. (2013); Avaliação do processo de secagem no fabrico de malte; Lisboa: UTL, ISA.

Priest, F.G. & Stewart, G.G. (2006); *Handbook of Brewing*; 2ª edição; by Taylor & Francis Group.

Renger, R.S. (2008); Wort turbidity: Reasons for the mandatory specification in the Heineken BPS – Wort filtration; Brewing solution; Heineken supply chain.

Schneider, J; Krottenthaler, M; Back, W; Weisse, H. (2005) Study on the Membrane Filtration of Mash with Particular Respect to the Quality of Wort and Beer; *Journal Institute Brewing*, Volume 111 (4), pp.380- 387.

Willaert, R. (2007): The Beer Brewing Process: Wort Production and Beer Fermentation; *Handbook of Food Products Manufacturing*; Edited by Y.H.Hui; New Jersey: John Wiley & Sons, Inc; pp.443 – 506.

## **7- Cibergrafia**

SCC – Sociedade Central de Cervejas e Bebidas, S.A: disponível em [www.centralcervejas.pt](http://www.centralcervejas.pt), consultado a 12 de Maio de 2013.

Portaria nº 1/96 – 3 de Janeiro – Ministério da Economia e da Agricultura e do Desenvolvimento Rural e das Pescas; disponível em [www.apcv.pt](http://www.apcv.pt), consultado a 20 de Junho de 2013.

## **8 - ANEXOS**

## Anexo 1

Tabela 9: Resultados obtidos na análise da turvação na sala 1

SALA 1	Número de Fabrico	Turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas (EBC)	Turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio (EBC)
Data			
23-01-2013	M13SA10070		1,85
24-01-2013	M13SA10075		2,52
28-01-2013	M13SA10085		2,53
04-02-2013	M13SA10119	1,61	2,32
04-02-2013	M13SA10121	1,66	2,13
05-02-2013	M13SA10129	1,68	2,35
18-02-2013	M13SA10319	1,55	2,17
19-02-2013	M13SA10335	1,65	2,38
04-03-2013	M13SA10438	2,44	3,32
01-04-2013	M13SA10729	0,91	1,61
02-04-2013	M13SA10751	2,1	2,9
03-04-2013	M13SA10769	1,52	2,29
24-06-2013	M13SA11496	1,64	1,80
24-06-2013	M13SA11498	1,54	1,79
26-06-2013	M13SA11532	1,51	1,72

Tabela 10: Resultados obtidos na análise da turvação na sala 2

Sala 2	Número de Fabrico	Turvação do mosto durante 85% da filtração, incluindo últimas águas (EBC)	Turvação do mosto 5 minutos após o filtro estar cheio (EBC)
Data			
23-01-2013	M13SA2037		2,29
24-01-2013	M13SA2042		2,38
24-01-2013	M13SA2044		1,93
28-01-2013	M13SA2052		2,63
04-02-2013	M13SA2068	1,67	2,47
05-02-2013	M13SA2077	1,59	2,53
05-02-2013	M13SA2078	1,73	2,28
18-02-2013	M13SA10318	1,36	2,66
19-02-2013	M13SA10336	2,28	3,56
04-03-2013	M13SA10439	2,62	3,29
01-04-2013	M13SA10730	1,63	2,7
02-04-2013	M13SA10750	1,92	2,31
03-04-2013	M13SA10770	1,76	2,23
24-06-2013	M13SA11495	1,43	1,88
24-06-2013	M13SA11497	1,42	2,08
24-06-2013	M13SA11499	1,44	2,04

## Anexo 2

Tabela 11: código de cores para os anexos 3, 4, 5, 6 e 7.

Código de cores	
	Dentro do Limite
	Fora do Limite
	Amostra em falha

### Anexo 3

Tabela 12: Resultados obtidos na análise dos resíduos totais do mosto na sala 1

Sala 1	Número de Fabrico	Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura (mg/l)
Data		
28-01-2013	M13SA10085	144,4
04-02-2013	M13SA10119	496,6
04-02-2013	M13SA10121	103,8
05-02-2013	M13SA10129	361,5
18-02-2013	M13SA10319	252,6
19-02-2013	M13SA10335	983,4
04-03-2013	M13SA10438	186,2
01-04-2013	M13SA10729	163,6
02-04-2013	M13SA10751	491,8
03-04-2013	M13SA10769	791,2
24-06-2013	M13SA11496	135,6
25-06-2013	M13SA11498	143,4
26-06-2013	M13SA11532	66,2

Tabela 13: Resultados obtidos na análise dos resíduos totais do mosto na sala 2

Sala 2	Número de Fabrico	Resíduos totais do mosto recolhido aos 85°C na caldeira de fervura (mg/l)
Data		
24-01-2013	M13SA2044	116
28-01-2013	M13SA2052	302
04-02-2013	M13SA2068	341,4
05-02-2013	M13SA2077	118
05-02-2013	M13SA2078	116,8
18-02-2013	M13SA10318	686,2
19-02-2013	M13SA10336	266,6
04-03-2013	M13SA10439	359
01-04-2013	M13SA10730	321,6
02-04-2013	M13SA10750	359,4
03-04-2013	M13SA10770	895,65
24-06-2013	M13SA11496	130,2
25-06-2013	M13SA11512	120,6
26-06-2013	M13SA11532	68,2



## Anexo 4

Tabela 14: Resultados obtidos na análise do sedimento na sala 1

Sala 1	Número de Fabrico	Sedimento recolhido no início de fervura (ml)
Data		
23-01-2013	M13SA10067	70
24-01-2013	M13SA10075	200
28-01-2013	M13SA10085	50
04-02-2013	M13SA10119	110
04-02-2013	M13SA10121	225
05-02-2013	M13SA10129	77
18-02-2013	M13SA10319	55
19-02-2013	M13SA10335	50
04-03-2013	M13SA10438	150
01-04-2013	M13SA10729	17
02-04-2013	M13SA10751	15
03-04-2013	M13SA10769	150
24-06-2013	M13SA11496	12
24-06-2013	M13SA11498	7
26-06-2013	M13SA11532	15

Tabela 15: Resultados obtidos na análise do sedimento na sala 2

Sala 2	Número de Fabrico	Sedimento recolhido no início de fervura (ml)
Data		
24-01-2013	M13SA2042	10
25-01-2013	M13SA2048	15
25-01-2013	M13SA2049	11
28-01-2013	M13SA2052	10
04-02-2013	M13SA2068	19
05-02-2013	M13SA2077	13
05-02-2013	M13SA2078	14
18-02-2013	M13SA10318	15
19-02-2013	M13SA10336	15
04-03-2013	M13SA10439	15
01-04-2013	M13SA10730	10
02-04-2013	M13SA10750	5
03-04-2013	M13SA10770	20
24-06-2013	M13SA11495	15
25-06-2013	M13SA11513	12
26-06-2013	M13SA11531	22

## Anexo 5

Tabela 16: Resultados obtidos na análise da dreche na sala 1

Data	Número de Fabrico	Matéria seca da dreche	Extracto solúvel na dreche seca	Extracto convertido na dreche seca	Extracto total na dreche seca
22-01-2013	M13SA00058	23,9	4,27	2,23	6,5
22-01-2013	M13SA00059	27,3	4,93	0,17	5,1
22-01-2013	M13SA00060	25,1	3,44	2,56	6
28-01-2013	M13SA00085	23,60	6,80	0,6	7,40
31-01-2013	M13SA00102	27,8	1,8	3,00	4,8
31-01-2013	M13SA10008	28,47	2,78	2,72	5,5
04-02-2013	M13SA00119	27,13	7,54	0,36	7,9
04-02-2013	M13SA00121	26,77	2,93	2,47	5,4
05-02-2013	M13SA00129	26,32	2,46	3,14	5,6
11-02-2013	M13SA10271	27,02	2,97	1,23	4,2
13-02-2013	M13SA10277	28,16	3,62	2,48	6,1
18-02-2013	M13SA10319	28,7	4,6	2,2	6,8
19-02-2013	M13SA10335	26,9	4,1	2,4	6,5
25-02-2013	M13SA10356	28,6	6,08	1,12	7,2
25-02-2013	M13SA10360	27,81	9,25	1,65	10,9
26-02-2013	M13SA10378	28,98	3,96	2,34	6,3
04-03-2013	M13SA10436	30,43	6,15	0,75	6,9
04-03-2013	M13SA10438	29,93			
05-03-2013	M13SA10456	26,93	3,48	2,12	5,6
11-03-2013	M13SA10519	27,55	5,42	2,78	8,2
11-03-2013	M13SA10521	26,85	4,76	3,74	8,5
12-03-2013	M13SA10537	27,02	3,28	4,72	8
18-03-2013	M13SA10600	31,86	3,94	3,96	7,90
18-03-2013	M13SA10602	27,92	4,28	3,72	8,00
20-03-2013	M13SA10626	28,68	3,13	3,97	7,10
25-03-2013	M13SA10676	25,73	2,63	0,63	3,26
26-03-2013	M13SA10690	28,13	2,53	4,27	6,80
27-03-2013	M13SA10708	28,4	1,96	3,74	5,70
02-04-2012	M13SA10747	29,38	1,96	4,24	6,2
03-04-2013	M13SA10775	31,84	2,46	4,34	6,8
03-04-2013	M13SA10777	26,73	1,81	3,89	5,7
09-04-2013	M13SA10822	27,2	2,25	4,55	6,8
10-04-2013	M13SA10839	27,7	2,97	2,63	5,6
15-04-2013	M13SA10853	26,65	2,27	3,23	5,50
15-04-2013	M13SA10854	27,13	2,00	3,50	5,50
16-04-2013	M13SA10863	24,29	1,59	3,01	4,60
22-04-2013	M13SA10895	22,88	2,14	3,96	6,10
23-04-2013	M13SA10909	26,27	2,22	4,48	6,70
29-04-2013	M13SA10932	28,57	2,29	4,91	7,20
06-05-2013	M13SA10967	25,69	4,94	3,56	8,50
06-05-2013	M13SA10969	28,27	5,05	4,05	9,10
07-05-2013	M13SA10971	29,83	3,37	3,83	7,20
13-05-2013	M13SA11035	27,02	3,02	3,88	6,90
14-05-2013	M13SA11051	26,3	2,80	4,30	7,10
15-05-2013	M13SA11073	27,73	2,63	3,87	6,50
20-05-2013	M13SA11118	28,64	4,09	4,31	8,40
21-05-2013	M13SA11134	28,19	2,77	4,33	7,10
22-05-2013	M13SA11156	26,98	2,41	3,79	6,20
27-05-2013	M13SA11202	28,37	4,62	4,58	9,20
28-05-2013	M13SA11222	28,35	2,80	4,60	7,40
29-05-2013	M13SA11242	27,69	2,84	4,76	7,60
03-06-2013	M13SA11286	27,90	6,19	2,11	8,30
04-06-2013	M13SA11304	28,56	3,33	5,67	9,00
05-06-2013	M13SA11320	26,92	3,70	5,90	9,60
11-06-2013	M13SA11359	27,69	2,48	5,02	7,50
12-06-2013	M13SA11373	25,76	2,48	4,72	7,20
17-06-2013	M13SA11425	23,82	1,48	2,32	3,80
18-06-2013	M13SA11437	27,06	2,14	3,06	5,20
19-06-2013	M13SA11457	22,74	2,10	2,10	4,20
24-06-2013	M13SA11498	24,82	2,02	3,48	5,50
25-06-2013	M13SA11514	23,26	4,86	3,44	8,30
26-06-2013	M13SA11532	23,72	2,13	3,87	6,00

Tabela 17: Resultados obtidos na análise da dreche na sala 2

Data	Número de Fabrico	Matéria seca da dreche	Extracto solúvel na dreche seca	Extracto convertido na dreche seca	Extracto total na dreche seca
25-01-2013	M13SA0048	29,46	9,06	1,94	11,00
25-01-2013	M13SA0049	31,10	8,23	1,77	10,00
28-01-2013	M13SA0052	30,5	5,60	2,10	7,70
31-01-2013	M13SA0062	27,80	2,79	2,51	5,30
31-01-2013	M13SA0063	27,07	4,61	2,39	7,00
04-02-2013	M13SA0068	27,84	3,76	2,04	5,8
05-02-2013	M13SA0077	25,34	3,29	2,01	5,3
05-02-2013	M13SA0078	26,94	4,92	2,68	7,6
11-02-2013	M13SA10272	28,06	3,3	1,6	4,9
13-02-2013	M13SA10276	26,74	4,62	1,68	6,3
18-02-2013	M13SA10318	28,2	4,43	2,07	6,5
19-02-2013	M13SA10336	29,2	3,8	2,3	6,1
25-02-2013	M13SA10359	28,27	5,77	0,83	6,6
26-02-2013	M13SA10377	27,25	5,45	1,25	6,7
26-02-2013	M13SA10379	30,05	8,74	1,76	10,5
04-03-2013	M13SA10437	31,26	6,49	0,81	7,3
05-03-2013	M13SA10457	30,1	5,48	0,82	6,3
05-03-2013	M13SA10459	27,35	6,44	2,06	8,5
11-03-2013	M13SA10520	29,42	2,95	3,25	6,2
12-03-2013	M13SA10536	30,18	9,64	3,06	12,7
12-03-2013	M13SA10538	29,39	9,63	3,97	13,6
12-03-2013	M13SA10538*	29,39	11,41	3,99	15,4
18-03-2013	M13SA10601	25,05	7,83	2,18	10,01
20-03-2013	M13SA10625	26,09	4,27	3,53	7,80
20-03-2013	M13SA10627	27,73	3,21	3,39	6,60
26-03-2013	M13SA10691	28,9	5,35	4,05	9,40
27-03-2013	M13SA10707	28,37	2,35	3,75	6,10
27-03-2013	M13SA10711	27,57	4,26	3,64	7,90
01-04-2013	M13SA10736	30,13	3,04	4,76	7,8
02-04-2013	M13SA10746	27,74	2,95	3,85	6,8
03-04-2013	M13SA10772	24,71	2,35	3,25	5,6
08-04-2013	M13SA10810	30	4,38	4,32	8,7
09-04-2013	M13SA10815	28,04	6,67	3,73	10,4
09-04-2013	M13SA10817	31,27	3,45	4,25	7,7
22-04-2013	M13SA10894	24,49	2,29	4,01	6,3
23-04-2013	M13SA10908	26,86	3,13	4,77	7,9
29-04-2013	M13SA10933	27,38	3,11	4,09	7,2
07-05-2013	M13SA10983	27,36	3,28	3,72	7,0
08-05-2013	M13SA11001	24,75	2,31	3,79	6,1
08-05-2013	M13SA11003	29,12	4,98	3,42	8,4
13-05-2013	M13SA11034	27,01	2,91	3,19	6,1
14-05-2013	M13SA11050	25,72	2,72	4,28	7,0
15-05-2013	M13SA11072	27,21	4,61	3,79	8,4
20-05-2013	M13SA11117	26,72	2,85	3,85	6,7
21-05-2013	M13SA11135	29,60	2,88	3,72	6,6
22-05-2013	M13SA11157	26,17	4,2	3,5	7,7
27-05-2013	M13SA11203	27,32	3,15	3,95	7,1
28-05-2013	M13SA11221	27,83	4,18	3,92	8,1
29-05-2013	M13SA11243	27,01	2,34	4,66	7,0
03-06-2013	M13SA11291	29,94	5,69	4,51	10,2
04-06-2013	M13SA11301	25,96	2,63	5,27	7,9
05-06-2013	M13SA11319	24,20	2,67	7,93	10,6
11-06-2013	M13SA11247	26,68	2,95	4,25	7,2
12-06-2013	M13SA11248	26,88	2,95	4,35	7,3
17-06-2013	M13SA11426	27,14	2,39	2,21	4,6
18-06-2013	M13SA11436	38,21	4,44	1,86	6,3
19-06-2013	M13SA11458	26,22	2,48	2,42	4,9
24-06-2013	M13SA11499	27,43	3,21	3,89	7,1
25-06-2013	M13SA11515	27,45	2,73	4,37	7,1
26-06-2013	M13SA11533	24,19	2,51	4,29	6,8

## Anexo 6

Tabela 18: Resultados obtidos na medição do pH das caldeiras na sala 1

Sala 1	Número de Fabrico	Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira de empastagem	Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira das caldas
Data			
21-01-2013	M13SA00057	5,67	5,51
22-01-2013	M13SA00058	5,68	5,58
22-01-2013	M13SA00059	5,65	5,52
23-01-2013	M13SA00067	5,71	5,55
24-01-2013	M13SA00075	5,74	5,56
24-01-2013	M13SA00076	5,65	5,55
25-01-2013	M13SA00080	5,71	5,52
25-01-2013	M13SA00081	5,74	5,53
29-01-2013	M13SA00093	5,72	
29-01-2013	M13SA00095	5,72	5,54
06-02-2013	M13SA00138	5,61	5,47
06-02-2013	M13SA00139	5,63	5,52
07-02-2013	M13SA00143	5,68	5,56
13-02-2013	M13SA10279	5,67	5,53
13-02-2013	M13SA10281	5,67	5,53
14-02-2013	M13SA10297	5,71	5,55
18-02-2013	M13SA10323	5,74	5,66
18-02-2013	M13SA10325	5,72	5,65
18-02-2013	M13SA10327	5,71	5,63
07-03-2013	M13SA10498	5,70	5,53
07-03-2013	M13SA10500	5,69	5,54
07-03-2013	M13SA10502	5,75	5,60
02-04-2013	M13SA10751	5,61	5,43
02-04-2013	M13SA10753	5,60	5,40
04-04-2013	M13SA10785	5,60	5,50

Tabela 19: Resultados obtidos na medição do pH das caldeiras na sala 2

Sala 2	Número de Fabrico	Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira de empastagem	Medição do pH 10 minutos após o envio do empaste para a caldeira das caldas
Data			
21-01-2013	M13SA02025	5,66	5,55
22-01-2013	M13SA02026	5,68	5,58
22-01-2013	M13SA02034	5,70	5,55
23-01-2013	M13SA02036	5,70	5,60
24-01-2013	M13SA02042	5,72	5,50
24-01-2013	M13SA02043	5,64	5,50
25-01-2013	M13SA02044	5,68	5,49
25-01-2013	M13SA02049	5,72	5,55
29-01-2013	M13SA02062	5,68	5,54
29-01-2013	M13SA02063	5,70	5,60
06-02-2013	M13SA02087	5,61	5,47
06-02-2013	M13SA02088	5,63	5,52
07-02-2013	M13SA02095	5,68	5,56
13-02-2013	M13SA10278	5,68	5,51
13-02-2013	M13SA10280	5,68	5,52
14-02-2013	M13SA10299	5,74	5,50
18-02-2013	M13SA10324	5,73	5,62
18-02-2013	M13SA10326	5,80	5,60
18-02-2013	M13SA10328	5,73	5,60
07-03-2013	M13SA10497	5,70	5,53
07-03-2013	M13SA10499	5,69	5,58
07-03-2013	M13SA10501	5,75	5,67
02-04-2013	M13SA10750	5,60	5,40
02-04-2013	M13SA10752	5,60	5,40
04-04-2013	M13SA10786	5,60	5,50

## Anexo 7

Tabela 20: Resultados obtidos na medição do pH das caldeiras na sala 1 e sala 2 respectivamente

Sala 1	Número de Fabrico	Extracto últimas águas (°P)
Data		
21-01-2013	M13SA00057	1,48
22-01-2013	M13SA00058	1,03
23-01-2013	M13SA00067	1,76
23-01-2013	M13SA00069	1,70
23-01-2013	M13SA00071	1,71
24-01-2013	M13SA00075	2,21
24-01-2013	M13SA00076	2,95
25-01-2013	M13SA00080	0,98
25-01-2013	M13SA00081	1,00
29-01-2013	M13SA00095	0,86
06-02-2013	M13SA00138	0,65
06-02-2013	M13SA00139	0,79
07-02-2013	M13SA00143	0,56
13-02-2013	M13SA10279	1,81
13-02-2013	M13SA10281	2,15
14-02-2013	M13SA10297	0,75
18-02-2013	M13SA10323	1,00
18-02-2013	M13SA10325	1,20
18-02-2013	M13SA10327	0,91
07-03-2013	M13SA10498	1,14
07-03-2013	M13SA10500	0,97
07-03-2013	M13SA10502	1,10
02-04-2013	M13SA10751	1,07
02-04-2013	M13SA10753	1,10
04-04-2013	M13SA10785	1,08

Sala 2	Número de Fabrico	Extracto últimas águas (°P)
Data		
21-01-2013	M13SA02025	1,21
22-01-2013	M13SA02026	1,63
23-01-2013	M13SA02036	1,61
24-01-2013	M13SA02042	1,28
24-01-2013	M13SA02043	1,45
24-01-2013	M13SA02044	1,30
25-01-2013	M13SA02049	1,76
31-01-2013	M13SA02062	2,06
31-01-2013	M13SA02063	1,85
06-02-2013	M13SA02087	1,45
06-02-2013	M13SA02088	0,91
07-02-2013	M13SA02095	1,15
13-02-2013	M13SA10278	1,6
13-02-2013	M13SA10280	1,2
14-02-2013	M13SA10299	0,82
18-02-2013	M13SA10324	1,92
18-02-2013	M13SA10326	2,08
18-02-2013	M13SA10328	1,81
07-03-2013	M13SA10497	1,89
07-03-2013	M13SA10499	1,46
07-03-2013	M13SA10501	1,33
02-04-2013	M13SA10750	0,64
02-04-2013	M13SA10752	0,65
04-04-2013	M13SA10786	0,7

## Anexo 8

Tabela 21: Resultados obtidos na análise de viscosidade e respectivos tempos de filtração e tempos de filtração total

Nº de fabrico	Densidade		Extracto (°P)	Tempo (min)		Viscosidade sala 1 (mPa.s)	Viscosidade sala 2 (mPa.s)	Tempo de filtração total sala 1 (min)	Tempo de filtração total sala 2 (min)	Tempo de filtração sala 1 (min)	Tempo de filtração sala 2 (min)
M13SA10541	1,09846	1,09846	23,43	6,22	6,23	3,31		132,33		21,92	
M13SA10543	1,09829	1,0983	23,39	6,03	6,02	3,14		151,07		23,56	
M13SA10544	1,09685	1,09687	23,08	6,1	6,12		3,22		160,08		29,45
M13SA10545	1,09713	1,09716	23,14	5,56	5,57	3,09		139,32		23,82	
M13SA10547	1,09887	1,09893	23,53	6,07	6,07	3,17		129,72		22,00	
M13SA10561	1,09583	1,09586	22,86	5,51	5,5		3,12		403,72		33,53
M13SA10573	1,09633	1,06938	22,97	5,48	5,47		3,01		135,97		33,55
M13SA10574	1,09624	1,09629	22,95	5,45	5,46	3,00		128,83		21,98	
M13SA10575	1,09729	1,0973	23,17	5,53	5,51	3,05	3,05		139,48		33,92